Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/005837

International filing date: 29 March 2005 (29.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP

Number: 2004-108969

Filing date: 01 April 2004 (01.04.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 20 May 2005 (20.05.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in

compliance with Rule 17.1(a) or (b)



PCT/JP2005/005837 25.04.2005

許 玉 日 JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 Date of Application:

4 月 1 日 2004年

願 出 Application Number: 特願2004-108969

[ST. 10/C]:

[JP2004-108969]

人 出

Applicant(s):

チッソ株式会社 チッソ石油化学株式会社

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office 2004年12月16日





特許願 【書類名】 780205 【整理番号】 平成16年 4月 1日 【提出日】 特許庁長官殿 【あて先】 CO9K 19/06 【国際特許分類】 CO9K 19/42 GO2F 1/13 【発明者】

【住所又は居所】

千葉県市原市五井海岸5番地の1 チッソ石油化学株式会社 五

井研究所内 松井 秋一 【氏名】

【発明者】 【住所又は居所】

チッソ石油化学株式会社 五 千葉県市原市五井海岸5番地の1

井研究所内 笹田 康幸 【氏名】

【特許出願人】

000002071 【識別番号】 チッソ株式会社 【氏名又は名称】 岡田 俊一 【代表者】 03-3534-9826 【電話番号】

【特許出願人】

596032100 【識別番号】 チッソ石油化学株式会社 【氏名又は名称】 岡田 俊一

【代表者】

【手数料の表示】 【予納台帳番号】 012276 21,000円 【納付金額】

【提出物件の目録】

特許請求の範囲 1 【物件名】 明細書 1 【物件名】 要約書 1 【物件名】

【書類名】特許請求の範囲

【請求項1】

式(1)で表される化合物:

$$Ra - \left(A^{12} - Z^{12}\right)_{j} \left(A^{11} - Z^{11}\right)_{k} \left(A^{1} - Z^{1}\right)_{m} \left(Z^{21} - A^{21}\right)_{p} \left(Z^{22} - A^{22}\right)_{q} Rb$$
 (1)

ここに、RaおよびRbは独立して水素、または炭素数1~20のアルキルであり;この アルキルにおいて、任意の $-CH_2-$ は-O-、-S-、-CO-または $-SiH_2-$ で 置き換えられてもよく、任意の一(СН2)2一は一СH=СHーで置き換えられてもよ く、そして任意の水素はハロゲンで置き換えられてもよく;

 A^1 、 A^{11} 、 A^{12} 、 A^2 、 A^{21} および A^{22} は独立して1, 4-シクロヘキシレン 、1,4ーフェニレン、デカヒドロナフタレンー2,6ージイル、1,2,3,4ーテト ラヒドロナフタレン-2, 6-ジイル、またはナフタレン-2, 6-ジイルであり;これ らの環において、任意の $-CH_2-$ は-O-、-S-、-CO-、または $-SiH_2-$ で 置き換えられてもよく、そして任意の水素はハロゲンで置き換えられてもよく;

 Z^1 は単結合、- (CH2) 2 -、-COO-、-OCO-、-CF2 O-、-OCF2 -, -CH=CH-, -CF=CF-, -CH₂CO-, -COCH₂-, -CH₂Si $H_2 - - S_1 H_2 C H_2 - - (C H_2)_4 - - C H = C H - (C H_2)_2 - - (C H_2)_4 - - C H = C H - (C H_2)_2 - - (C H_2)_4 - (C H_2)_4 - - (C H_2)_4 - - (C H_2)_4 - - (C H_2)_4 - (C H_2)_5 - (C$ CH_2) $_2-CH=CH-$, $_-$ (CH_2) $_2$ CF_2 O-, $\sharp\hbar d-OCF_2$ (CH_2) $_2$

 Z^2 、 Z^{1} 1、 Z^{1} 2、 Z^{2} 1 および Z^{2} は、独立して単結合、- (CH₂) 2 -、-COO-, -OCO-, -CH2O-, -OCH2-, -CF2O-, -OCF2-, -CH = CH -, -CF = CF -, $-CH_2CO -$, $-COCH_2 -$, $-CH_2SiH_2 -$ -, -CH=CH-(CH $_2$) \cdot $_2$ -, -(CH $_2$) $_2$ -CH=CH-, -(CH $_2$) $_2$ C F_2O- 、または $-OCF_2(CH_2)_2$ -であり;

 $X = C F_2 H = c C F_3 C O O$;

j、k、m、n、pおよび q は独立して 0 または 1 であり、そしてこれらの合計は 1、 2、または3であり;mが0であるとき、jおよびkはどちらも0であり;そして、nが0 であるとき、pおよびqはどちらも0である:

但し、mが0であるとき、Raは水素、アルコキシおよびアルコキシメチルのいずれでも なく;mが0であり、かつXが-C F_3 であるとき、 R_3 は1-アルケニルであり;mが 1であり、かつXが-C F_3 であるとき、 Z^1 は-C H=C H-である。

【請求項2】

i、kおよびmの合計、並びにn、pおよびqの合計が独立して1または2である、請 求項1に記載の化合物。

【請求項3】

式 (1-1) ~式 (1-18) のいずれか1つで表される、請求項1に記載の化合物:

$$HF_2C F$$

$$Ra \longrightarrow Z^2-A^2-R_b$$
(1-2)

$$HF_2C$$
 F
 $R_a - A^{11} - Z^{11} - A^1 - Z^1$ Rb (1-3)

$$HF_2C$$
 F $R_a-A^1-Z^1$ $Z^2-A^2-R_b$ (1-4)

$$\begin{array}{c}
HF_2C F \\
R_a - A^{12} - Z^{12} - A^{11} - Z^{11} - A^{1} - Z^{1} - Rb
\end{array}$$
(1-6)

$$HF_2C$$
 F $R_a-A^1-Z^1$ $Z^2-A^2-Z^{21}-A^{21}-R_b$ (1-8)

$$HF_2C$$
 F $Ra - Z^2 - A^2 - Z^{21} - A^{21} - Z^{22} - A^{22} - R_b$ (1-9)

$$F_3C$$
 F $R_0 - A^1$ R_0 R_0

$$F_3C F$$

$$Ra - Z^2 - A^2 - R_b$$
(1-11)

$$F_3C$$
 F (1-12)

$$F_3C$$
 F $Z^2-A^2-R_b$ (1-13)

$$F_3C$$
 F $Z^2-A^2-Z^{21}-A^{21}-R_b$ (1-14)

$$F_3C$$
 F (1-15)

$$F_3C$$
 F $Z^2-A^2-R_b$ (1-16)

$$F_3C$$
 F $Z^2-A^2-Z^{21}-A^{21}-R_b$ (1-17)

ここに、RaおよびRbは独立して水素、または炭素数 $1\sim20$ のアルキルであり;このアルキルにおいて、任意の $-CH_2-$ は、-O-、-S-、-CO-または $-SiH_2-$ で置き換えられてもよく、任意の $-(CH_2)_2-$ は-CH=CH-で置き換えられてもよく、そして任意の水素はハロゲンで置き換えられてもよく;

 A^1 、 $A^{1\,1}$ 、 $A^{1\,2}$ 、 A^2 、 $A^{2\,1}$ および $A^{2\,2}$ は、独立して1,4 - 2 / 2 $\sqrt{1}$ $\sqrt{1}$

 Z^{-1} は単結合、 $-(CH_2)_2 - COO - COCO - CF_2 O - COCF_2$ $-CH = CH - CF = CF - CH_2 CO - COCH_2 - CH_2 Si$ $-CH_2 - SiH_2 CH_2 - CCH_2 + CCH_2 COCH_2 - CCH_2 COCH_2 - CCH_2 COCH_2 COCH_2$

但し、式 (1-2)、式 (1-5)、および式 (1-9) において、Raは水素、アルコキシおよびアルコキシメチルのいずれでもなく;式 (1-11)、式 (1-14)、および式 (1-18) において、Raは1-アルケニルである。

【請求項4】

RaおよびRbが独立してアルキル、アルコキシ、アルコキシアルキル、アルケニル、 アルケニルオキシ、パーフルオロアルキル、またはパーフルオロアルコキシであり; A^1 、 A^{11} 、 A^{12} 、 A^2 、 A^{21} および A^{22} が、独立して1, 4 ーシクロヘキシレ ン、1, 3 - ジ オ キサン - 2, 5 - ジ 7 ν 、4, 6 - ジ 7 キサン - 2, 5 - \emptyset 7 ν 、1, 4-フェニレン、2-フルオロ-1, 4-フェニレン、3-フルオロ-1, 4-フェニレ ン、2,3-ジフルオロー1,4-フェニレン、デカヒドロナフタレンー2,6-ジイル 、1,2,3,4ーテトラヒドロナフタレンー2,6ージイル、またはナフタレンー2, 6-ジイルであり;

 Z^1 、 Z^{1} および Z^{1} が、独立して単結合、-(CH_2) $_2$ -、-COO-、-OC O-, $-CF_2O-$, $-OCF_2-$, -CH=CH-, $-(CH_2)_4-$, -CH=CH $-(CH_2)-,-(CH_2)-CH=CH-,-(CH_2)_2CF_2O-stal-OC$ F₂ (CH₂)₂ - であり;

そして、 Z^2 、 Z^{2-1} および Z^{2-2} が、独立して単結合、-(CH_2) $_2$ -、- COO- $, -OCO-, -CH_2O-, -OCH_2-, -CF_2O-, -OCF_2-, -CH=C$ H-, -CF=CF-, -(CH₂)₄-, -(CH₂)₃-O-, -O-(CH₂)₃-, -CH = CH - (CH₂)₂ -, <math>- (CH₂)₂ -CH = CH -, - (CH₂)₂ C F_2 O-またはO C F_2 (C H_2) $_2$ -である、請求項 $_3$ に記載の化合物。

【請求項5】

RaおよびRbが独立してアルキル、アルコキシ、アルコキシアルキルまたはアルケニ ルであり;

 A^1 、 A^{11} 、 A^{12} 、 A^2 、 A^{21} および A^{22} が、独立して1, 4-シクロヘキシレ ン、1,4-フェニレン、2-フルオロー1,4-フェニレン、3-フルオロー1,4-フェニレン、または2,3-ジフルオロー1,4-フェニレンであり;

 Z^1 、 Z^{1} および Z^{1} が、独立して単結合、-(C H $_2$) $_2$ -、- C F $_2$ O - 、- O $CF_2 - CH = CH - CH_2 + CH_2 - CH_2$ であり:

そして、 Z^2 、 Z^{2-1} および Z^{2-2} が、独立して単結合、-(CH_2) $_2$ -、- CH_2 O -, -OCH₂ -, -CF₂O-, -OCF₂-, -CH=CH-, -(CH₂) ₂CF 2 O-または-OCF $_2$ (CH $_2$) $_2$ -である、請求項 $_3$ に記載の化合物。

【請求項6】

Raがアルキルまたはアルケニルであり、そしてRbがアルコキシであり; A^1 、 A^{11} 、 A^{12} 、 A^2 、 A^{21} および A^{22} が、独立して1, 4-シクロヘキシレ ン、1,4-フェニレン、2-フルオロー1,4-フェニレンまたは3-フルオロー1, 4-フェニレンであり;

 Z^1 、 Z^{1} および Z^{1} が独立して単結合または-CH=CH-であり; そして、 Z^2 、 Z^{2-1} および Z^{2-2} が独立して単結合、 $-CH_2O-$ 、 $-OCH_2-$ 、-CF₂O-または-OCF₂-である、請求項3に記載の化合物。

 A^1 および A^2 のどちらかが 1 , 4 ーシクロヘキシレンである、請求項 3 ~ 6 のいずれ か1項に記載の化合物。

【請求項8】

 A^1 および A^2 のどちらかが1, $4-フェニレンである、請求項<math>3\sim 6$ のいずれか1項 に記載の化合物。

【請求項9】

 Z^1 および Z^2 のどちらかが単結合である、請求項 $3\sim 6$ のいずれか1 項に記載の化合 物。

 A^1 および A^2 のどちらかが1, 4-シクロヘキシレンであり、そして Z^1 および Z^2

のどちらかが単結合である、請求項3~6のいずれか1項に記載の化合物。

【請求項11】

 A^1 および A^2 のどちらかが1 , 4 - フェニレンであり、そして Z^1 および Z^2 のどち らかが単結合である、請求項3~6のいずれか1項に記載の化合物。

【請求項12】

式 (1-10)、式 (1-12)、式 (1-13)、式 (1-15)、式 (1-16) および式(1-17)のいずれか1つで表され、そして A^1 が1,4-シクロヘキシレンである、請求項3~6のいずれか1項に記載の化合物。

【請求項13】

式 (1-12) で表され、 A^1 および A^{11} が共に1, 4-シクロヘキシレンであり、 そして、 Z^{1} が単結合である、請求項 $3\sim6$ のいずれか1 項に記載の化合物。

【請求項14】

式(1-15)で表され、 A^1 、 A^{1-1} および A^{1-2} がいずれも1,4-シクロヘキシレンであり、そして Z^{1} および Z^{1} が共に単結合である、請求項 $3\sim 6$ のいずれか1項に記載の化合物。

【請求項15】

式 (1-2)、式 (1-4)、式 (1-5)、式 (1-7)、式 (1-8) および式 (1-8)1-9) のいずれか1つで表され、そして Z^2 が $-CH_2O-$ 、 $-OCH_2-$ 、 $-CF_2$ 〇-または-〇CF2-である、請求項3~6のいずれか1項に記載の化合物。

【請求項16】

式 (1-3) で表され、R a がアルキルまたはアルケニルであり、R b がアルコキシで あり、 A^1 および $A^{1\,1}$ が共に1 , 4-シクロヘキシレンであり、そして Z^1 および Z^1 1 が共に単結合である、請求項3~6のいずれか1項に記載の化合物。

【請求項17】

式 (1-3) で表され; R a がアルキルまたはアルケニルであり、そして R b がアルコ キシであり; A^1 および A^{1-1} が共に1 , $4-シクロヘキシレンであり;<math>Z^1$ が-CH=CH - であり;そして、 Z^{1} が単結合である、請求項3~6のいずれか1項に記載の化 合物。

【請求項18】

式 (1-3) で表され; R a がアルキルまたはアルケニルであり、そして R b がアルコ キシであり; A^1 が1, 4-フェニレンであり; $A^{1\ 1}$ が1, 4-シクロヘキシレンであ り;そして、 Z^1 および Z^{1-1} が共に単結合である、請求項 $3\sim 6$ のいずれか1項に記載 の化合物。

【請求項19】

式 (1-3) で表され、Raがアルキルまたはアルケニルであり、Rbがアルコキシで あり、 A^1 および $A^{1\,1}$ が共に1 , 4-フェニレンであり、そして Z^1 および $Z^{1\,1}$ が共 に単結合である、請求項3~6のいずれか1項に記載の化合物。

【請求項20】

式 (1-1) で表され、Raがアルキルまたはアルケニルであり、<math>Rbがアルコキシであり、 A^1 が 1 , 4 - シクロヘキシレンであり、そして Z^1 が単結合である、請求項 3 \sim 6のいずれか1項に記載の化合物。

【請求項21】

式 (1-1) で表され、R a がアルキルまたはアルケニルであり、R b がアルコキシで あり、 A^1 が 1 , 4 - シクロヘキシレンであり、そして Z^1 が - C H = C H - である、請 求項3~6のいずれか1項に記載の化合物。

【請求項22】

式 (1-10) で表され、R a がアルキルまたはアルケニルであり、R b がアルコキシ であり、そして A^1 が1, 4-シクロヘキシレンである、請求項 $3\sim6$ のいずれか1項に 記載の化合物。

【請求項23】

式 (1-12) で表され、R a がアルキルまたはアルケニルであり、R b がアルコキシ であり、 A^1 および $A^{1\ 1}$ が共に 1 , 4 - シクロヘキシレンであり、そして $Z^{1\ 1}$ が単結 合である、請求項3~6のいずれか1項に記載の化合物。

【請求項24】

式 (1-2) で表され、Raがアルキルであり、Rbがアルキルまたはアルケニルであ り、 A^2 が 1 , 4 ーシクロヘキシレンであり、そして Z^2 が - O C H_2 ーである、請求項 3~5のいずれか1項に記載の化合物。

【請求項25】

式 (1-5) で表され、Raがアルキルであり、Rbがアルキルまたはアルケニルであ り、 A^2 および $A^{1\ 2}$ が共に1 , 4 - シクロヘキシレンであり、 Z^2 が- O C H_2 - であ り、そして Z^{2} が単結合である、請求項 $3\sim5$ のいずれか1 項に記載の化合物。

【請求項26】

式 (1-4) で表され、RaおよびRbが独立してアルキルまたはアルケニルであり、 A^1 および A^2 が共に1, 4-フェニレンであり、そして Z^1 および Z^2 が共に単結合で ある、請求項3~5のいずれか1項に記載の化合物。

【請求項27】

式 (1-4) で表され、R a およびR b が独立してアルキルまたはアルケニルであり、 A^1 $\acute{m}1$, 4- \flat \flat D D および \mathbb{Z}^2 が共に単結合である、請求項 $3\sim 5$ のいずれか1項に記載の化合物。

【請求項28】

式 (1-4) で表され、RaおよびRbが独立してアルキルまたはアルケニルであり、 A^1 $\acute{m}1$, 4-7 $\acute{m}1$ $\acute{m}1$, A^2 $\acute{m}1$, 4-2 $\acute{m}1$ \acute および Z^2 が共に単結合である、請求項 $3\sim 5$ のいずれか1項に記載の化合物。

【請求項29】

請求項1に記載の化合物の少なくとも1つを含有し、少なくとも1つの光学活性化合物 を含有してもよい液晶組成物。

【請求項30】

請求項1に記載の化合物の少なくとも1つと、式(2)、式(3)および式(4)のそ れぞれで表される化合物からなる群から選択される少なくとも1つの化合物とを含有し、 少なくとも1つの光学活性化合物を含有してもよい液晶組成物:

$$R^{1}-B^{1}-Z^{4}$$
 X^{1} (2)

$$R^{1}-B^{1}-Z^{4}-D-Z^{5}-X^{1}$$
 (3)

$$R^{1}-B^{1}-D-Z^{4}-E-Z^{5}-\sum_{L^{2}}^{L^{1}}$$
 (4)

ここに、 R^1 は炭素数 $1\sim 1$ 0のアルキルであり;このアルキルにおいて、任意の-CH2 -は-〇-で置き換えられてもよく、任意の- (СН2) 2 -は-СН=СН-で置き 換えられてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き換えられてもよく; X¹ はフッ素、 塩素、-OCF3、-OCHF2、-CF3、-CHF2、-CH2F、-OCF2CH F_2 、または $-OCF_2$ $CHFCF_3$ であり; B^1 およびDは独立して1,4 - シクロへ キシレン、1, 4-フェニレン、1, 3-ジオキサン-2, 5-ジイルまたは少なくとも 1つの水素がフッ素で置き換えられた1,4-フェニレンであり; Eは1,4-シクロへ

7/

キシレン、1,4-フェニレン、または少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられた 1, 4-フェニレンであり; Z^4 および Z^5 は独立して- (CH_2) $_2$ -、- (CH_2) $_4$ -、-COO-、-CF₂O-、-OCF₂-、-CH=CH-または単結合であり;そ して、 L^1 および L^2 は独立して水素またはフッ素である。

【請求項31】

請求項1に記載の化合物の少なくとも1つと、式(5-a)、式(5-b)および式(6) のそれぞれで表される化合物からなる群から選択される少なくとも1つの化合物とを 含有し、少なくとも1つの光学活性化合物を含有してもよい液晶組成物:

$$R^{2}-G-\left(J\right) + Z^{6} + \left(\sum_{j=4}^{L^{3}} X^{2}\right)$$
 (5-a)

$$R^{2}-G-\left(J\right) \xrightarrow{b} Z^{6} + \left(\sum_{c} Z^{2}\right) = \left(5-b\right)$$

$$\mathbb{R}^3$$
 \mathbb{R}^5 (6)

ここに、 R^2 および R^3 は独立して炭素数 $1\sim 10$ のアルキルであり;このアルキルにお いて、任意の一CH2-は一〇一で置き換えられてもよく、任意の一(CH2)2 ーはー CH=CH-で置き換えられてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き換えられてもよ く; X^2 は-CNまたは $-C \equiv C - CN$ であり;Gは1, 4 -シクロヘキシレン、1, 4ーフェニレン、1,3ージオキサンー2,5ージイルまたはピリミジンー2,5ージイル であり; \int は1,4ーシクロヘキシレン、1,4ーフェニレン、ピリミジンー2,5ージ イル、または少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられた1,4-フェニレンであり $; Z^6$ は $-(CH_2)_2$ $-、-COO-、-CF_2O-、-OCF_2$ - または単結合であ り; L^3 、 L^4 および L^5 は独立して水素またはフッ素であり;そして、 b 、 c および d は独立して0または1である。

【請求項32】

請求項1に記載の化合物の少なくとも1つと、式(7)、式(8)、式(9)、式(10)、および式(11)のそれぞれで表される化合物からなる群から選択される少なくと も1つの化合物とを含有し、少なくとも1つの光学活性化合物を含有してもよい液晶組成 物:

$$R^4 - M - Z^7 - R^5$$
 (7)

$$R^4 - Z^7 - P^1 - Z^8 - R^5$$
 (8)

$$R^4 - M - Z^7 - F F$$
 (10)

$$R^4 - Z^7 - P^1 - Z^8 - F F$$
 (11)

ここに、 R^4 は炭素数 $1\sim 1$ 0 のアルキルであり、そして R^5 はフッ素または炭素数 $1\sim$ 10のアルキルであり;これらのアルキルにおいて、任意の一СН2-は-〇一で置き換 えられてもよく、任意の $-(CH_2)_2$ -は-CH=CH-で置き換えられてもよく、そ して任意の水素はフッ素で置き換えられてもよく;Mおよび P^1 は独立して1, 4-シク ロヘキシレン、1, 4-フェニレンまたはデカヒドロー2, 6-ナフチレンであり; Z^7 および Z^8 は独立して $-(CH_2)_2-$ 、-COO-または単結合であり; L^6 およびL 7 は独立して水素またはフッ素であり;そして、 L^6 と L^7 の少なくとも1つはフッ素で ある。

【請求項33】

請求項1に記載の化合物の少なくとも1つと、式(12)、式(13)および式(14) のそれぞれで表される化合物からなる群から選択される少なくとも 1 つの化合物とを含 有し、少なくとも1つの光学活性化合物を含有してもよい液晶組成物:

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - R^7$$
 (12)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - U - R^7$$
 (13)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - U - R^7$$
 (14)

ここに、 R^6 および R^7 は独立して炭素数 $1\sim 10$ のアルキルであり;このアルキルにお いて、任意の一CH2-は一〇-で置き換えられてもよく、任意の- (CH2)2 -は-CH=CH-で置き換えられてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き換えられてもよ く;Q、TおよびUは独立して1,4-シクロヘキシレン、1,4-フェニレン、ピリミ ジンー2、5-ジイル、または少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられた1,4-フェニレンであり;そして、 Z^9 および Z^{10} は独立して $-C \equiv C -$ 、-COO -、-(CH_2) 2 -、-CH=CH-、- CH_2 O-または単結合である。

【請求項34】

式 (5-a)、式 (5-b) および式 (6) のそれぞれで表される化合物からなる群か ら選択される少なくとも1つの化合物を更に含有する、請求項30に記載の液晶組成物:

$$R^{2}-G-\left(J-\frac{1}{b}Z^{6}-\left(J-\frac{1}{b}Z^{6}-\left(J-\frac{1}{b}Z^{6}-\frac{1}{b}Z^$$

$$R^{2}-G-J \xrightarrow{b} Z^{6} + X^{2}$$
 (5-b)

$$\mathbb{R}^{3} \xrightarrow{\mathbb{N}} \mathbb{A} \xrightarrow{\mathbb{N}} \mathbb{A}$$

ここに、 R^2 および R^3 は独立して炭素数 $1\sim 1$ 0のアルキルであり;このアルキルにお いて、任意の-CH2-は-O-で置き換えられてもよく、任意の- (CH2)2-は-CH=CH-で置き換えられてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き換えられてもよ く; X^2 は-CNまたは $-C \equiv C - CN$ であり;Gは1, 4 -シクロヘキシレン、1, 4ーフェニレン、1,3ージオキサンー2,5ージイルまたはピリミジンー2,5ージイル であり; Jは1, 4-シクロヘキシレン、1, 4-フェニレン、ピリミジン-2,5-ジ イル、または少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられた1,4-フェニレンであり $; Z^6 は - (CH_2)_2 - , -COO - , -CF_2O - , -OCF_2 - または単結合であ$ り; L^3 、 L^4 および L^5 は独立して水素またはフッ素であり;そして、b、c および dは独立して0または1である。

【請求項35】

式 (12)、式 (13) および式 (14) のそれぞれで表される化合物からなる群から 選択される少なくとも1つの化合物を更に含有する、請求項30に記載の液晶組成物:

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - R^7$$
 (12)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - U - R^7$$
 (13)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - U - R^7$$
 (14)

ここに、 R^6 および R^7 は独立して炭素数 $1\sim 10$ のアルキルであり;このアルキルにお いて、任意の-CH2-は-O-で置き換えられてもよく、任意の-(CH2)2 -は-CH=CH-で置き換えられてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き換えられてもよ く;Q、TおよびUは独立して1, 4-シクロヘキシレン、1, 4-フェニレン、ピリミ ジンー2、5-ジイル、または少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられた1,4-フェニレンであり;そして、 Z^9 および Z^{10} は独立してー $C \equiv C$ ー、-COOー、-(CH_2) 2 -、-CH=CH-、- CH_2 O-または単結合である。

【請求項36】

式(12)、式(13)および式(14)のそれぞれで表される化合物からなる群から 選択される少なくとも1つの化合物を更に含有する、請求項31に記載の液晶組成物:

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - R^7$$
 (12)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - U - R^7$$
 (13)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - U - R^7$$
 (14)

ここに、 R^6 および R^7 は独立して炭素数 $1\sim 10$ のアルキルであり;このアルキルにお いて、任意の一CH2-は一〇-で置き換えられてもよく、任意の一(CH2)2 -は-CH=CH-で置き換えられてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き換えられてもよ く;Q、TおよびUは独立して1,4-シクロヘキシレン、1,4-フェニレン、ピリミ ジンー2、5-ジイル、または少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられた1,4-フェニレンであり;そして、 Z^9 および Z^{10} は独立して $-C \equiv C -$ 、-COO -、-(CH2)2-、-CH=CH-、-CH2O-または単結合である。

【請求項37】

式(12)、式(13)および式(14)のそれぞれで表される化合物からなる群から 選択される少なくとも1つの化合物を更に含有する、請求項32に記載の液晶組成物:

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - R^7$$
 (12)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - U - R^7$$
 (13)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - U - R^7$$
 (14)

ここに、 R^6 および R^7 は独立して炭素数 $1\sim 10$ のアルキルであり;このアルキルにお いて、任意の一CH2-は一〇一で置き換えられてもよく、任意の一(CH2)2 ーはー CH=CH-で置き換えられてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き換えられてもよ く;Q、TおよびUは独立して1,4-シクロヘキシレン、1,4-フェニレン、ピリミ ジンー2、5 - ジイル、または少なくとも1 つの水素がフッ素で置き換えられた1, 4 -フェニレンであり;そして、 Z^9 および Z^{10} は独立して $-C \equiv C -$ 、-COO -、-(CH_2) 2 -、-CH=CH-、- CH_2 O-または単結合である。

【請求項38】

請求項29~37のいずれか1項に記載の液晶組成物の液晶表示素子における使用。

【請求項39】

請求項29~37のいずれか1項に記載の液晶組成物を含有する液晶表示素子。

【書類名】明細書

【発明の名称】ベンゼン誘導体、液晶組成物および液晶表示素子

【技術分野】

[0001]

本発明は液晶性化合物、液晶組成物および液晶表示素子に関する。さらに詳しくはベンゼン誘導体、これを含有し、そしてネマチック相を有する液晶組成物およびこの組成物を含有する液晶表示素子に関する。

【背景技術】

[0002]

液晶の動作モードに基づいく場合には、液晶表示素子はPC(phase change)、TN(twisted nematic)、STN(super twisted nematic)、BTN(Bistable twisted nematic)、ECB(electrically controlled birefringence)、OCB(optically compensated bend)、IPS(in-plane switching)、VA(vertical alignment)などに分類される。素子の駆動方式に基づく場合には、PM(passive matrix)とAM(active matrix)に分類される。PM(passive matrix)はスタティック(static)、マルチプレックス(multiplex)などに分類され、AMはTFT(thin film transistor)、MIM(metal insulator metal)などに分類される。

[0003]

これらの液晶表示素子は、液晶組成物を含有する。以下の説明においては、液晶表示素子を単に素子と表記することがある。液晶組成物を単に組成物と表記することがある。液晶性化合物を単に化合物と表記することがある。素子の特性を向上させるには、この組成物が適切な物性を有することが好ましい。組成物の成分である化合物に必要な一般的物性は、次のとおりである。

- (1) 化学的な安定性と物理的な安定性。
- (2) 高い透明点。
- (3)液晶相の低い下限温度。
- (4) 小さな粘度。
- (5)適切な光学異方性。
- (6)適切な誘電率異方性。
- (7) 大きな比抵抗。

透明点は、液晶相一等方相の転移温度である。液晶相は、ネマチック相、スメクチック相などを意味する。なお、大きな誘電率異方性を有する化合物は、高い粘度を有することが多い。

[0004]

組成物は多くの化合物を混合して調製される。したがって、化合物は他の化合物とよく 混和するのが好ましい。素子を氷点下の温度で使うこともあるので、低い温度で良好な相 溶性を有する化合物が好ましい。高い透明点または液晶相の低い下限温度を有する化合物 は、組成物におけるネマチック相の広い温度範囲に寄与する。好ましい組成物は、小さな 粘度と素子のモードに適した光学異方性を有する。化合物の大きな誘電率異方性は、組成 物の低いしきい値電圧に寄与する。このような組成物によって、使用できる温度範囲が広 い、応答時間が短い、コントラスト比が大きい、駆動電圧が小さい、消費電力が小さい、 電圧保持率が大きいなどの特性を有する素子を得ることができる。

[0005]

負の誘電率異方性を示す化合物としては 2 、 3 ージフルオロ 1 、 4 ーフェニレンを部分構造に有する化合物(1 5)が一般的に知られている(非特許文献 2 を参照)。誘電率異方性を改良するための化合物として、負の誘電率異方性をさらに大きな数値にさせるため、化合物分子の側方位にトリフルオロメチルを結合させた化合物(1 6)、ジフルオロメチルを結合させた化合物(1 6)、ジフルオロメチルを結合させた化合物(1 7)および化合物(1 8)が報告されている(特許文献 1 、非特許文献 1 、非特許文献 2 および特許文献 2 を参照)。しかしながら、これらの化合物は比較的大きな数値の負の誘電率異方性を示すものの、透明点が低く、また大きな粘度を

示す等、液晶材料としての物性バランスが良好ではない。さらに好ましい液晶性化合物、 液晶組成物および液晶表示素子が望まれている。

$$C_5H_{11}$$
 OC_2H_5 (15)

$$F_3C$$
 F OC_2H_5 (16)

$$CF_2H$$
 C_3H_7
 CF_2H_5
 CF_2H_5
 CF_2H_5

$$C_3H_7$$
 C_2H_5 C_2H_5 C_3H_7 C_3H_7 C_2H_5

[0006]

【特許文献1】特開平8-040953号公報

【特許文献2】WO200/03963号パンフレット

【非特許文献 1】 Synlett. 1999, No.4, 389-396

【非特許文献 2 】 Angew. Chem. Int. Ed. 2000, 39, 4216-4235

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

[0007]

本発明の第一の目的は、負の誘電率異方性を示すと共に、比較的高い透明点、比較的小 さな粘度、適切な光学異方性、および他の液晶性化合物との優れた相溶性等、優れた物性 バランスを有する液晶性化合物を提供することである。第二の目的は、この化合物を含有 し、ネマチック相の広い温度範囲、小さな粘度、適切な光学異方性、および低いしきい値 電圧を有する液晶組成物を提供することである。第三の目的は、この組成物を含有し、短 い応答時間、小さな消費電力、大きなコントラスト、および高い電圧保持率を有する液晶 表示素子を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

[00008]

まず最初に、本明細書における用語について説明する。液晶性化合物は、ネマチック相 、スメクチック相などの液晶相を有する化合物および液晶相を有しないが液晶組成物の成 分として有用な化合物の総称である。液晶表示素子は液晶表示パネルおよび液晶表示モジ ュールの総称である。ネマチック相の上限温度はネマチック相ー等方相の相転移温度であ り、そして単に上限温度と略すことがある。ネマチック相の下限温度を単に下限温度と略 すことがある。式(1)で表わされる化合物を化合物(1)と表記することがある。この 表記法は式(2)などで表される化合物にも適用することがある。「任意の」は位置だけ でなく、個数についても任意であることを示す。言い換えれば、「任意の」は「区別なく 選択される少なくとも1つの」を意味する。例えば、任意の-СH2-が-〇-または-CH=CH-で置き換えられてもよいn-ブチルには、CH3 (CH2)3-の他、CH $_3$ (C H $_2$) $_2$ O - $_5$ C H $_3$ - O - (C H $_2$) $_2$ - $_5$ C H $_3$ - O - C H $_2$ - O - $_5$ H $_2$ C $= C H - (C H_2)_3 - C H_3 - C H = C H - (C H_2)_2 - C H_3 - C H = C H -$ CH₂ -O-などが含まれる。そして、このような場合には、化合物の安定性を考慮する と、連続する複数の-СН2-が-〇-で置き換えられない方が好ましい。アルキルおよ びアルキレンはどちらも直鎖の基であってもよく、分岐された基であってもよい。このこ とは、これらの基における任意の一CH2-が一〇-または-CH=CH-で置き換えら れる場合も同様である。そして、組成物において示される百分率で表した化合物の量は、 組成物の全重量に基づいた重量百分率(重量%)である。

[0009]

本発明は下記の[1]項から[38]項のとおりである。

[1] 式(1)で表される化合物:

$$Ra - \left(A^{12} - Z^{12}\right)_{j} \left(A^{11} - Z^{11}\right)_{k} \left(A^{1} - Z^{1}\right)_{m} \left(Z^{21} - A^{21}\right)_{p} \left(Z^{22} - A^{22}\right)_{q} Rb$$
 (1)

ここに、RaおよびRbは独立して水素、または炭素数1~20のアルキルであり;この アルキルにおいて、任意の-CH2-は-O-、-S-、-CO-または-SiH2-で 置き換えられてもよく、任意の一(СН2)2一は一СН=СН-で置き換えられてもよ く、そして任意の水素はハロゲンで置き換えられてもよく;

 A^1 、 A^{11} 、 A^{12} 、 A^2 、 A^{21} および A^{22} は独立して1, 4 - シクロヘキシレン 、1,4-フェニレン、デカヒドロナフタレン-2,6-ジイル、1,2,3,4-テト ラヒドロナフタレン-2, 6-ジイル、またはナフタレン-2, 6-ジイルであり;これ らの環において、任意の-CH2-は-O-、-S-、-CO-、または-SiH2-で 置き換えられてもよく、そして任意の水素はハロゲンで置き換えられてもよく;

 Z^1 は単結合、- (CH2) 2 -、-COO-、-OCO-、-CF2O-、-OCF2 $-, -CH = CH -, -CF = CF -, -CH_2CO -, -COCH_2 -, -CH_2Si$ $H_2 - . - S_i H_2 C H_2 - . - (C H_2)_4 - . - C H = C H - (C H_2)_2 - . - (C H_2)_4 - .$ CH_2) $_2$ -CH=CH-, $-(CH_2)$ $_2$ CF_2 O-, $\sharp tat-OCF_2$ (CH_2) $_2$

 Z^2 、 Z^{1} 、 Z^{1} 、 Z^{2} および Z^{2} は、独立して単結合、-(CH₂) $_2$ -、-COO-, -OCO-, -CH2O-, -OCH2-, -CF2O-, -OCF2-, - $CH = CH - , -CF = CF - , -CH_2CO - , -COCH_2 - , -CH_2SiH_2 -$ \cdot -S i H 2 C H 2 - \cdot - (C H 2) 4 - \cdot - (C H 2) 3 - O - \cdot - O - (C H 2) 3 -, -CH = CH - (CH₂)₂ -, <math>-(CH₂)₂ - CH = CH -, <math>-(CH₂)₂ C $F_2 O-$ 、または $-OCF_2 (CH_2)_2$ -であり;

 $X = C F_2 H = c C F_3 c b$;

j、k、m、n、pおよび q は独立して 0 または 1 であり、そしてこれらの合計は 1、 2、または3であり;mが0であるとき、jおよびkはどちらも0であり;そして、nが0 であるとき、pおよびqはどちらも0である:

但し、mが0であるとき、Raは水素、アルコキシおよびアルコキシメチルのいずれでも なく;mが0であり、かつXが-C F_3 であるとき、Raは1-アルケニルであり;mが 1であり、かつXが-C F_3 であるとき、 Z^1 は-CH=CH-である。

[0010]

[2] j、kおよびmの合計、並びn、pおよびqの合計が独立して1または2で ある、[1] 項に記載の化合物。

[0011]

式 (1-1) \sim 式 (1-18) のいずれか1つで表される、[1] 項に記載の 化合物:

$$\begin{array}{c}
HF_2C F \\
R_a-A^1-Z^1 - Rb
\end{array}$$
(1-1)

$$HF_2C$$
 F $Ra \longrightarrow Z^2-A^2-R_b$ (1-2)

$$HF_2C$$
 F
 $R_a - A^{11} - Z^{11} - A^1 - Z^1$ Rb (1-3)

$$HF_2C$$
 F $Z^2-A^2-Z^{21}-A^{21}-R_b$ (1-5)

$$HF_2C$$
 F $Z^2-A^2-Z^{21}-A^{21}-R_b$ (1-8)

$$HF_2C$$
 F $Z^2-A^2-Z^{21}-A^{21}-Z^{22}-A^{22}-R_b$ (1-9)

$$F_3C$$
 F (1-10)

$$F_3C F$$

$$Ra - Z^2 - A^2 - R_b$$
(1-11)

$$F_3C$$
 F (1-12)

$$F_3C$$
 F $Z^2-A^2-R_b$ (1-13)

$$F_3C$$
 F $Z^2-A^2-Z^{21}-A^{21}-R_b$ (1-14)

$$F_3C$$
 F (1-15)

$$F_3C$$
 F $Z^2-A^2-R_b$ (1-16)

$$F_3C$$
 F $Ra - Z^2 - A^2 - Z^{21} - A^{21} - Z^{22} - A^{22} - R_b$ (1-18)

ここに、RaおよびRbは独立して水素、または炭素数 $1\sim20$ のアルキルであり;このアルキルにおいて、任意の $-CH_2-$ は、-O-、-S-、-CO-または $-SiH_2-$ で置き換えられてもよく、任意の $-(CH_2)_2-$ は-CH=CH-で置き換えられてもよく、そして任意の水素はハロゲンで置き換えられてもよく;

 A^1 、 $A^{1\ 1}$ 、 $A^{1\ 2}$ 、 A^2 、 A^2 「および A^2 は、独立して 1, 4 ーシクロヘキシレン、1, 4 ーフェニレン、デカヒドロナフタレンー 2, 6 ージイル、1, 2, 3, 4 ーテトラヒドロナフタレンー 2, 6 ージイル、またはナフタレンー 2, 6 ージイルであり;これらの環において、任意の一 C H_2 ーは一O ー、C O ー、または C O ー、または C O で置き換えられてもよく、そして任意の水素はハロゲンで置き換えられてもよく;

 Z^{1} は単結合、 $-(CH_{2})_{2}$ -、-COO-、-OCO-、 $-CF_{2}$ O-、 $-OCF_{2}$ -、-CH=CH-、-CF=CF-、 $-CH_{2}$ CO-、 $-COCH_{2}$ -、 $-CH_{2}$ SiH₂CH₂-、-SiH₂CH₂-、 $-(CH_{2})_{4}$ -、 $-CH=CH-(CH_{2})_{2}$ -、 $-(CH_{2})_{2}$ -CH=CH-、 $-(CH_{2})_{2}$ CF₂O-、または $-OCF_{2}$ (CH₂)₂-であり;

そして、 $Z^{1\,1}$ 、 $Z^{1\,2}$ 、 Z^{2} 、 $Z^{2\,1}$ および $Z^{2\,2}$ は、独立して単結合、- (CH_2) 2 -、-COO-、-OCO-、-CH $_2$ O-、-OCH $_2$ -、-CF $_2$ O-、-OCF $_2$ -、-CH $_3$ CO-、-COCH $_4$ -、-CH $_4$ CO-、-COCH $_4$ - -CH $_5$ CO- -COCH $_5$ CO- -COCH $_6$ COCH $_7$ COCH $_8$ CO- -COCH $_8$ COCH $_8$ COCH $_9$

但し、式(1-2)、式(1-5)、および式(1-9)において、Raは水素、アルコキシおよびアルコキシメチルのいずれでもなく;式(1-11)、式(1-14)、および式(1-18)において、Raは1-アルケニルである。

[0012]

[4] RaおよびRbが独立してアルキル、アルコキシ、アルコキシアルキル、アル ケニル、アルケニルオキシ、パーフルオロアルキル、またはパーフルオロアルコキシであ b :

、 A^{1} 1 、 A^{1} 2 、 A^{2} 、 A^{2} 1 および A^{2} 2 が、独立して1 , 4 - シクロヘキシレ ン、1,3-ジオキサン-2,5-ジイル、4,6-ジオキサン-2,5-ジイル、1, 4-フェニレン、2-フルオロ-1,4-フェニレン、3-フルオロ-1,4-フェニレ ン、2,3-ジフルオロー1,4-フェニレン、デカヒドロナフタレンー2,6-ジイル 、1、2、3、4-テトラヒドロナフタレン-2、6-ジイル、またはナフタレン-2、 6-ジイルであり;

 Z^1 、 Z^{1} および Z^{1} が、独立して単結合、-(CH_2) $_2$ -、-COO-、-OC O-, $-CF_2O-$, $-OCF_2-$, -CH=CH-, $-(CH_2)_4-$, -CH=CH $-(CH₂)-,-(CH₂)-CH=CH-,-(CH₂)₂CF₂O-<math>\pm$ ctl-OC

そして、 Z^2 、 Z^{2-1} および Z^{2-2} が、独立して単結合、-(CH_2) $_2$ -、- COO- $\sqrt{-OCO} - \sqrt{-CH_2O} - \sqrt{-OCH_2O} - \sqrt{-CF_2O} - \sqrt{-OCF_2O} - \sqrt{-CH} = C$ H-, -CF=CF-, -(CH₂)₄-, -(CH₂)₃-O-, -O-(CH₂)₃-, -CH = CH - (CH₂)₂ -, <math>- (CH₂)₂ -CH = CH -, - (CH₂)₂ C F_2 O-またはO C F_2 (C H_2) $_2$ -である、 [3] 項に記載の化合物。

[0013]

[5] RaおよびRbが独立してアルキル、アルコキシ、アルコキシアルキルまたは アルケニルであり;

 A^1 、 A^{11} 、 A^{12} 、 A^2 、 A^{21} および A^{22} が、独立して1, 4 ーシクロヘキシレ ン、1,4-フェニレン、2-フルオロ-1,4-フェニレン、3-フルオロ-1,4-フェニレン、または 2, 3 - ジフルオロー 1, 4 - フェニレンであり;

 Z^1 、 Z^{1} および Z^{1} が、独立して単結合、-(CH_2) $_2$ -、-CF $_2$ O-、-O $CF_2 - CH = CH - CH_2 + CH_2 - CH_2$ H_2) $_2 - CH = CH -$, $-(CH_2)$ $_2$ CF_2 O -, $\sharp \hbar \& H - OCF_2$ (CH_2) $_2 - H$ であり:

そして、 Z^2 、 Z^{2-1} および Z^{2-2} が、独立して単結合、-(CH_2) $_2$ -、- CH_2 O -, -OCH₂ -, -CF₂O-, -OCF₂ -, -CH=CH-, -(CH₂) ₂CF 2 O-または-OCF $_2$ (CH $_2$) $_2$ -である、[3] 項に記載の化合物。

[0014]

[6] Raがアルキルまたはアルケニルであり、そしてRbがアルコキシであり; A^1 、 A^{11} 、 A^{12} 、 A^2 、 A^{21} および A^{22} が、独立して1, 4 ーシクロヘキシレ ン、1,4-フェニレン、2-フルオロ-1,4-フェニレンまたは3-フルオロ-1, 4-フェニレンであり;

 Z^1 、 Z^{1} および Z^{1} が独立して単結合または-CH=CH-であり; そして、 Z^2 、 Z^{2-1} および Z^{2-2} が独立して単結合、 $-CH_2O-$ 、 $-OCH_2-$ 、-CF2〇-または-ОСF2-である、[3]項に記載の化合物。

[0015]

[7] A^1 および A^2 のどちらかが1, 4-シクロヘキシレンである、 $[3] \sim [6]$] のいずれか1項に記載の化合物。

[0016]

[8] A^1 および A^2 のどちらかが1, $4-フェニレンである、<math>[3]\sim[6]$ のい ずれか1項に記載の化合物。

[0017]

[9] Z^{1} および Z^{2} のどちらかが単結合である、 $[3] \sim [6]$ のいずれか1項に 記載の化合物。

[0018]

 $\begin{bmatrix} 1 & 0 \end{bmatrix}$ \mathbf{A}^1 および \mathbf{A}^2 のどちらかが $\mathbf{1}$, $\mathbf{4}$ ーシクロヘキシレンであり、そして \mathbf{Z}^1 および \mathbb{Z}^2 のどちらかが単結合である、 $igl[3]\simigl[6]$ のいずれか1項に記載の化合物。

[0019]

 $\begin{bmatrix} 1 & 1 \end{bmatrix}$ \mathbf{A}^1 および \mathbf{A}^2 のどちらかが $\mathbf{1}$, $\mathbf{4}$ $\mathbf{-}$ フェニレンであり、そして \mathbf{Z}^1 および Z^2 のどちらかが単結合である、 $[3] \sim [6]$ のいずれか1項に記載の化合物。

[0020]

[12] 式(1-10)、式(1-12)、式(1-13)、式(1-15)、式(1-16) および式 (1-17) のいずれか1つで表され、そして A^1 が1, 4-シクロ ヘキシレンである、 [3] ~ [6] のいずれか1項に記載の化合物。

[0021]

[13] 式 (1-12) で表され、 A^1 および A^{1-1} が共に1, 4-シクロヘキシレ ンであり、そして \mathbf{Z}^{1} が単結合である、 $\begin{bmatrix} 3 \end{bmatrix} \sim \begin{bmatrix} 6 \end{bmatrix}$ のいずれか 1 項に記載の化合物

[0022]

 $\begin{bmatrix}14\end{bmatrix}$ 式(1-15)で表され、 A^1 、 A^{1} および A^{12} がいずれも1, 4-シ クロヘキシレンであり、そして Z^{1} および Z^{1} が共に単結合である、 $\begin{bmatrix} 3 \end{bmatrix} \sim \begin{bmatrix} 6 \end{bmatrix}$ のいずれか1項に記載の化合物。

[0023]

[15] 式(1-2)、式(1-4)、式(1-5)、式(1-7)、式(1-8)および式(1-9)のいずれか1つで表され、そして Z^2 が $-CH_2O-、-OCH_2-$ 、 $-\mathsf{CF}_2$ $\mathsf{O}-$ または $-\mathsf{OCF}_2$ -である、 $[3]\sim[6]$ のいずれか1項に記載の化合 物。

[0024]

[16] 式(1-3)で表され、Raがアルキルまたはアルケニルであり、Rbがア ルコキシであり、 A^1 および $A^{1\ 1}$ が共に1 , $4-シクロヘキシレンであり、そして<math>Z^1$ および Z^{1} が共に単結合である、 $[3]\sim[6]$ のいずれか1項に記載の化合物。

[0025]

[17] 式(1-3)で表され、Raがアルキルまたはアルケニルであり、<math>Rbがアルコキシであり、 A^1 および $A^{1\ 1}$ が共に1 ,4 - シクロヘキシレンであり、 Z^1 が- CH=CHーであり、そして Z^{1} が単結合である、 $[3]\sim[6]$ のいずれか1項に記載 の化合物。

[0026]

[18] 式 (1-3) で表され、Raがアルキルまたはアルケニルであり、Rbがア ルコキシであり、 A^1 が1,4 ーフェニレンであり、 $A^{1\ 1}$ が1,4 ーシクロヘキシレン であり、そして Z^1 および $Z^{1\,1}$ が共に単結合である、 $[\,3\,]\sim[\,6\,]$ のいずれか1項に 記載の化合物。

[0027]

[19] 式 (1-3) で表され、R a がアルキルまたはアルケニルであり、R b がア ルコキシであり、 A^1 および $A^{1\ 1}$ が共に1 ,4 - フェニレンであり、そして Z^1 および Z^{1} が共に単結合である、 $[3] \sim [6]$ のいずれか1項に記載の化合物。

[0028]

[20] 式 (1-1) で表され、Raがアルキルまたはアルケニルであり、<math>Rbがアルコキシであり、 A^1 が1, $4-シクロヘキシレンであり、そして<math>Z^1$ が単結合である、 [3] ~ [6] のいずれか1項に記載の化合物。

[0029]

[21] 式 (1-1) で表され、Raがアルキルまたはアルケニルであり、<math>Rbがアルコキシであり、 A^1 が1,4 ーシクロヘキシレンであり、そして Z^1 がーCH=CH-である、[3]~[6]のいずれか1項に記載の化合物。

[0030]

[22] 式 (1-10) で表され、Raがアルキルまたはアルケニルであり、<math>Rbが

アルコキシであり、そして $\mathrm{A}^{\,1}$ が $\mathrm{1}$, $\mathrm{4}$ $\mathrm{-}$ シクロヘキシレンである、 $\mathrm{[3]}$ $\mathrm{\sim}$ $\mathrm{[6]}$ のい ずれか1項に記載の化合物。

[0031]

[23] 式 (1-12) で表され、R a がアルキルまたはアルケニルであり、R b が アルコキシであり、 A^1 および $A^{1\ 1}$ が共に1 , 4-シクロヘキシレンであり、そして<math>Z 1 が単結合である、 $[3]\sim[6]$ のいずれか 1 項に記載の化合物。

[0032]

[24] 式 (1-2) で表され、Raがアルキルであり、<math>Rbがアルキルまたはアルケニルであり、 A^2 が1 , 4 ーシクロヘキシレンであり、そして Z^2 が- O C H_2 - であ る、[3]~[5]のいずれか1項に記載の化合物。

[0033]

[25] 式 (1-5) で表され、R a がアルキルであり、R b がアルキルまたはアル ケニルであり、 A^2 および $A^{2\ 1}$ が共に1 ,4 ーシクロヘキシレンであり、 Z^2 が- O C H_2 - であり、そして Z^{2} 1 が単結合である、 $[3] \sim [5]$ のいずれか 1 項に記載の化 合物。

[0034]

[26] 式(1-4)で表され、RaおよびRbが独立してアルキルまたはアルケニ ルであり、 A^1 および A^2 が共に1 , 4-フェニレンであり、そして Z^1 および Z^2 が共 に単結合である、[3]~[5]のいずれか1項に記載の化合物。

[0035]

[27] 式(1-4)で表され、RaおよびRbが独立してアルキルまたはアルケニ ルであり、 A^1 が 1 , 4 ーシクロヘキシレンであり、 A^2 が 1 , 4 ーフェニレンであり、 そして Z^1 および Z^2 が共に単結合である、 $\begin{bmatrix} 3 \end{bmatrix} \sim \begin{bmatrix} 5 \end{bmatrix}$ のいずれか1 項に記載の化合 物。

[0036]

[28] 式 (1-4) で表され、RaおよびRbが独立してアルキルまたはアルケニルであり、 A^1 が1,4 ーフェニレンであり、 A^2 が1,4 ーシクロヘキシレンであり、 そして \mathbf{Z}^1 および \mathbf{Z}^2 が共に単結合である、 $igl[3]\simigl[5]$ のいずれか1項に記載の化合 物。

[0037]

[29] [1] 項に記載の化合物の少なくとも1つを含有し、少なくとも1つの光学 活性化合物を含有してもよい液晶組成物。

[0038]

[30] [1] 項に記載の化合物の少なくとも1つと、式(2)、式(3) および式 (4) のそれぞれで表される化合物からなる群から選択される少なくとも1つの化合物と を含有し、少なくとも1つの光学活性化合物を含有してもよい液晶組成物:

$$R^{1}-B^{1}-Z^{4}-X^{1}$$
(2)

$$R^{1}-B^{1}-Z^{4}-D-Z^{5}-\sum_{j=2}^{L^{1}}X^{1}$$
 (3)

$$R^{1}-B^{1}-D-Z^{4}-E-Z^{5}-Z^{1}$$

ここに、 R^1 は炭素数 $1\sim 10$ のアルキルであり;このアルキルにおいて、任意の-CH

2 -は-〇-で置き換えられてもよく、任意の- (СН2) 2 -は-СН=СН-で置き 換えられてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き換えられてもよく; X^1 はフッ素、 塩素、-OCF3、-OCHF2、-CF3、-CHF2、-CH2F、-OCF2CH F_2 、または $-OCF_2$ $CHFCF_3$ であり; B^1 およびDは独立して1,4 -シクロへ キシレン、1, 4-7ェニレン、1, 3-ジオキサン-2, 5-ジイルまたは少なくとも 1つの水素がフッ素で置き換えられた1,4-フェニレンであり;Eは1,4-シクロへ キシレン、1,4ーフェニレン、または少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられた 1, $4-フェニレンであり;<math>Z^4$ および Z^5 は独立して $-(CH_2)_2$ $-、-(CH_2)_4$ 一、一COO一、一CF2O一、一OCF2一、一CH=CH-または単結合であり;そ して、 ${\sf L}^1$ および ${\sf L}^2$ は独立して水素またはフッ素である。

[0039]

[31] [1] 項に記載の化合物の少なくとも1つと、式 (5-a)、式 (5-b) および式(6)のそれぞれで表される化合物からなる群から選択される少なくとも1つの 化合物とを含有し、少なくとも1つの光学活性化合物を含有してもよい液晶組成物:

$$R^{2}-G-J \xrightarrow{b} Z^{6} + \left(\begin{array}{c} \\ \\ \\ \end{array} \right)_{C} + \left(\begin{array}{c} \\ \\ \end{array} \right)_{C} + \left(\begin{array}{c} \\ \\ \\ \end{array} \right)_{C} + \left(\begin{array}{c} \\ \\ \\ \end{array} \right)_{C}$$

$$R^{2}-G-\left(J-\frac{1}{b}Z^{6}+\left(J-\frac{1}{b}Z^{6}+\left(J-\frac{1}{b}Z^{6}+\left(J-\frac{1}{b}Z^{6}+\frac{1}{$$

$$\mathbb{R}^{3} \xrightarrow{N} \mathbb{Q} \xrightarrow{L^{5}} \mathbb{F}$$
(6)

ここに、 R^2 および R^3 は独立して炭素数 $1\sim 10$ のアルキルであり;このアルキルにお いて、任意の-CH2-は-O-で置き換えられてもよく、任意の- (CH2)2-は-CH=CH-で置き換えられてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き換えられてもよ く; X^2 はーC N またはーC \equiv C - C N であり;G は 1 , 4 - シクロヘキシレン、1 , 4ーフェニレン、1,3ージオキサンー2,5ージイルまたはピリミジンー2,5ージイル であり; Jは1, 4-シクロヘキシレン、1, 4-フェニレン、ピリミジンー2,5-ジ イル、または少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられた1,4-フェニレンであり $; Z^6 は - (CH_2)_2 - , -COO - , -CF_2O - , -OCF_2 -$ または単結合であ り; L^3 、 L^4 および L^5 は独立して水素またはフッ素であり;そして、b、c および dは独立して0または1である。

[0040]

(1) 項に記載の化合物の少なくとも1つと、式(7)、式(8)、式(9 [32])、式($1\ 0$)、および式($1\ 1$)のそれぞれで表される化合物からなる群から選択され る少なくとも1つの化合物とを含有し、少なくとも1つの光学活性化合物を含有してもよ い液晶組成物:

$$R^4 - M - Z^7 - R^5$$
 (7)

$$R^4 - Z^7 - P^1 - Z^8 - R^5$$
 (8)

$$R^4 - M - Z^7 - F F$$

$$R^5$$
(10)

$$R^4 - Z^7 - P^1 - Z^8 - F^5$$
 (11)

ここに、 R^4 は炭素数 $1\sim 1$ 0 のアルキルであり、そして R^5 はフッ素または炭素数 $1\sim$ 10のアルキルであり;これらのアルキルにおいて、任意の一СН2一は一〇一で置き換 えられてもよく、任意の- (CH₂)₂-は-CH=CH-で置き換えられてもよく、そ して任意の水素はフッ素で置き換えられてもよく;Mおよび P^1 は独立して1, 4-シク ロヘキシレン、1, 4-フェニレンまたはデカヒドロー2, 6-ナフチレンであり; Z^7 および Z^8 は独立して $-(CH_2)_2$ -、-COO-または単結合であり; L^6 およびL 7 は独立して水素またはフッ素であり;そして、 L^6 と L^7 の少なくとも1つはフッ素で ある。

[0041]

[33] (1)項に記載の化合物の少なくとも1つと、式(12)、式(13)およ び式(14)のそれぞれで表される化合物からなる群から選択される少なくとも1つの化 合物とを含有し、少なくとも1つの光学活性化合物を含有してもよい液晶組成物:

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - R^7$$
 (12)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - U - R^7$$
 (13)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - U - R^7$$
 (14)

ここに、 R^6 および R^7 は独立して炭素数 $1\sim 10$ のアルキルであり;このアルキルにお いて、任意の一CH2-は一〇-で置き換えられてもよく、任意の一(CH2)2 -は-CH=CH-で置き換えられてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き換えられてもよ く;Q、TおよびUは独立して1,4-シクロヘキシレン、1,4-フェニレン、ピリミ ジンー2、5 - ジイル、または少なくとも1 つの水素がフッ素で置き換えられた1, 4 -フェニレンであり;そして、 Z^9 および Z^{10} は独立して $-C \equiv C -$ 、-COO -、-(CH2)2-、-CH=CH-、-CH2O-または単結合である。

[0042]

[34] 式 (5-a)、式 (5-b) および式 (6) のそれぞれで表される化合物か らなる群から選択される少なくとも1つの化合物を更に含有する、〔30〕項に記載の液 晶組成物:

$$R^{2}-G-J-Z^{6}-Z^{6}-Z^{6}-Z^{2}$$
(5-a)

$$R^{2}-G-J-\frac{1}{b}Z^{6}+\frac{1}{c}Z^{6}-\frac{1}{c}Z^{2}$$

$$L^{3}$$

$$L^{2}$$

$$L^{4}$$

$$L^{4}$$

$$L^{4}$$

$$\mathbb{R}^{3} \xrightarrow{\mathbb{N}} \mathbb{N} \xrightarrow{\mathbb{N}} \mathbb{C}^{5}$$
 (6)

ここに、 R^2 および R^3 は独立して炭素数 $1\sim 10$ のアルキルであり;このアルキルにお いて、任意の-CH2-は-〇-で置き換えられてもよく、任意の-(CH2)2-は-CH=CH-で置き換えられてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き換えられてもよ く; X^2 は-CNまたは $-C \equiv C-CN$ であり;Gは1,4-シクロヘキシレン、1,4 ーフェニレン、1,3ージオキサン-2,5ージイルまたはピリミジン-2,5ージイル であり; Jは1, 4-シクロヘキシレン、1, 4-フェニレン、ピリミジンー2,5-ジ イル、または少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられた1,4-フェニレンであり ; Z^6 は $-(CH_2)_2$ -、-COO-、 $-CF_2O$ -、 $-OCF_2$ -または単結合であ り; L^3 、 L^4 および L^5 は独立して水素またはフッ素であり;そして、b、c および dは独立して0または1である。

[0043]

[35] 式(12)、式(13)および式(14)のそれぞれで表される化合物から なる群から選択される少なくとも1つの化合物を更に含有する、[30]項に記載の液晶 組成物:

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - R^7$$
 (12)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - U - R^7$$
 (13)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - U - R^7$$
 (14)

ここに、 R^6 および R^7 は独立して炭素数 $1\sim 10$ のアルキルであり;このアルキルにお いて、任意の-CH2-は-O-で置き換えられてもよく、任意の- (CH2)2-は-CH=CH-で置き換えられてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き換えられてもよ く;Q、TおよびUは独立して1,4-シクロヘキシレン、1,4-フェニレン、ピリミ ジンー2、5ージイル、または少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられた1, 4ー フェニレンであり;そして、 Z^9 および Z^{10} は独立して $-C \equiv C -$ 、-COO -、-(CH_2) 2 -、-CH=CH-、- CH_2 O-または単結合である。

[0044]

[36] 式(12)、式(13)および式(14)のそれぞれで表される化合物から なる群から選択される少なくとも1つの化合物を更に含有する、[31]項に記載の液晶 組成物:

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - R^7$$
 (12)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - U - R^7$$
 (13)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - U - R^7$$
 (14)

ここに、 R^6 および R^7 は独立して炭素数 $1\sim 10$ のアルキルであり;このアルキルにお いて、任意の-CH2-は-O-で置き換えられてもよく、任意の- (CH2)2-は-CH=CH-で置き換えられてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き換えられてもよ く;Q、TおよびUは独立して1,4-シクロヘキシレン、1,4-フェニレン、ピリミ ジン-2、5-ジイル、または少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられた1, 4-フェニレンであり;そして、 Z^9 および Z^{10} は独立して $-C \equiv C -$ 、-COO -、-(CH_2) 2 -、-CH=CH-、 $-CH_2O-$ または単結合である。

[0045]

[37] 式(12)、式(13)および式(14)のそれぞれで表される化合物から なる群から選択される少なくとも1つの化合物を更に含有する、[32]項に記載の液晶 組成物:

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - R^7$$
 (12)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - U - R^7$$
 (13)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - U - R^7$$
 (14)

ここに、 R^6 および R^7 は独立して炭素数 $1\sim 10$ のアルキルであり;このアルキルにお いて、任意の-CH2-は-O-で置き換えられてもよく、任意の-(CH2)2-は-CH=CH-で置き換えられてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き換えられてもよ く;Q、TおよびUは独立して1,4-シクロヘキシレン、1,4-フェニレン、ピリミ ジンー2、5-ジイル、または少なくとも1つの水素がフッ素で置き換えられた1,4-フェニレンであり;そして、 Z^9 および Z^{10} は独立して $-C \equiv C -$ 、-COO -、-(CH_2) 2 -、-CH=CH-、- CH_2 O-または単結合である。

[0046]

[38] [29] ~ [37] のいずれか1項に記載の液晶組成物の液晶表示素子にお ける使用。

[0047]

[39] [29] ~ [37] のいずれか1項に記載の液晶組成物を含有する液晶表示 素子。

【発明の効果】

[0048]

本発明の化合物は、化合物に必要な一般的物性、熱、光などに対する安定性、適切な光 学異方性、適切な誘電率異方性、他の液晶性化合物との優れた相溶性を有する。本発明の 液晶組成物は、これらの化合物の少なくとも1つを含有し、そしてネマチック相の高い上 限温度、ネマチック相の低い下限温度、小さな粘度、適切な光学異方性、低いしきい値電 圧を有する。本発明の液晶表示素子は、この組成物を含有し、そして広い使用可能温度範 囲、短い応答時間、大きなコントラスト比、低い駆動電圧などの特性を有する。

【発明を実施するための最良の形態】

[0049]本発明の化合物は式(1)で表される。

$$Ra - \left(A^{12} - Z^{12}\right) + \left(A^{11} - Z^{11}\right) + \left(A^{1} - Z^{1}\right) + \left(Z^{1} - Z^{1}\right) + \left(Z^{21} - A^{21}\right) + \left(Z^{22} - A^{22}\right) + \left(Z^{22} - A^{22}\right)$$

式 (1) における Raおよび Rbは、独立して水素または炭素数 $1 \sim 20$ のアルキルで ある。このアルキルにおいて、任意の-СH2-は-О-、-S-、-СО-または-S i H 2 ーで置き換えられてもよく、任意のー(C H 2) 2 ーはーC H = C H ーで置き換え られてもよく、そして任意の水素はハロゲンで置き換えられてもよい。RaまたはRbの 例は、水素、アルキル、アルコキシ、アルコキシアルキル、アルコキシアルコキシ、アル キルチオ、アルキルチオアルコキシ、アシル、アシルアルキル、アシルオキシ、アシルオ キシアルキル、アルコキシカルボニル、アルコキシカルボニルアルキル、アルケニル、ア ルケニルオキシ、アルケニルオキシアルキル、アルコキシアルケニル、アルキニル、アル キニルオキシ、シラアルキルおよびジシラアルキルである。少なくとも1つの水素がハロ ゲンで置き換えられたこれらの基も好ましい。好ましいハロゲンはフッ素および塩素であ る。さらに好ましいハロゲンはフッ素である。これらの基において分岐よりも直鎖の方が 好ましい。RaおよびRbが分岐の基であっても光学活性であるときは好ましい。

[0050]

RaおよびRbの好ましい例は、アルキル、アルコキシ、アルコキシアルキル、アルケ ニル、アルケニルオキシ、パーフルオロアルキルおよびパーフルオロアルコキシである。 より好ましい例はアルキル、アルコキシ、アルコキシアルキルおよびアルケニルである。 さらに好ましいRaはアルキルまたはアルケニルであり、特に好ましいRbはアルコキシ である。

[0051]

アルケニルにおける-CH=CH-の好ましい立体配置は、二重結合の位置に依存する $_{\circ}$ - C H = C H C H $_3$, - C H = C H C $_2$ H $_5$, - C H = C H C $_3$ H $_7$, - C H = C H C 4 H9、一C2 H4 CH=CHCH3 および一C2 H4 CH=CHC2 H5 のような奇数 位に二重結合をもつアルケニルにおいてはトランス配置が好ましい。-CH2CH=CH CH3、-CH2 CH=CHC2 H5 および-CH2 CH=CHC3 H7 のような偶数位 に二重結合をもつアルケニルにおいてはシス配置が好ましい。

[0052]

アルキルの具体的な例は、-CH3、-C2H5、-C3H7、-C4H9、-C5H $_{1\ 0}$ 、 $_{-\ C_{6}\ H_{1\ 3}}$ 、 $_{-\ C_{7}\ H_{1\ 5}}$ および $_{-\ C_{8}\ H_{1\ 7}}$ である。アルコキシの具体的な例 は、-OCH3、-OC2 H5、-OC3 H7、-OC4 H9、-OC5 H10、-OC $_{6~\mathrm{H}_{1}~3}$ および $_{-}$ O C $_{7~\mathrm{H}_{1}~5}$ である。アルコキシアルキルの具体的な例は、 $_{-}$ C H $_{2}$ O CH3, -CH2OC2H5, -CH2OC3H7, - (CH2)2OCH3, - (CH $_{2}$) $_{2}$ OC $_{2}$ H $_{5}$, $_{-}$ (CH $_{2}$) $_{2}$ OC $_{3}$ H $_{7}$, $_{-}$ (CH $_{2}$) $_{3}$ OC H $_{3}$, $_{-}$ (CH $_{2}$) 4 OCH3 および- (CH2) 5 OCH3 である。

[0053]

アルケニルの具体的な例は、 $-CH=CH_2$ 、 $-CH=CHCH_3$ 、 $-CH_2$ CH=C H_2 、 $-CH=CHC_2H_5$ 、 $-CH_2CH=CHCH_3$ 、 $-(CH_2)_2CH=CH_2$ $_3$ および $_-$ (C $_+$ 2) $_3$ C $_+$ E C $_+$ 2 である。アルケニルオキシの具体的な例は、 $_-$ O C H_2 $CH=CH_2$ 、 $-OCH_2$ $CH=CHCH_3$ および $-OCH_2$ $CH=CHC_2$ H_5 で ある。

[0054]

少なくとも1つの水素がハロゲンで置き換えられたアルキルの具体的な例は、- (CH 2) 2 F, -CF2 CH2 F, -CF2 CHF2, -CH2 CF3, -CF2 CF3, -

(CH2) 3 F、- (CF2) 2 CF3、-CF2 CHFCF3 および-CHFCF2 C F₃である。少なくとも1つの水素がハロゲンで置き換えられたアルコキシの具体的な例 は、-O(CH2)2F、-OCF2CH2F、-OCF2CHF2、-OCH2CF3 、 - O C F 2 C F 3 、 - O (C H 2) 3 F 、 - O (C F 2) 2 C F 3 、 - O C F 2 C H F CF_3 および $-OCHFCF_2CF_3$ である。少なくとも 1 つの水素がハロゲンで置き換 えられたアルケニルの具体的な例は、一CH=CHF、一CH=CF2、一CF=CHF 、-CH=CHCH2 F、-CH=CHCF3 、および-(CH2) 2 CH=CF2 であ る。

[0055]

RaまたはRbの好ましい具体的な例は、-CH3、-C2H5、-C3H7、-C4 H₉, -C₅ H₁₀, -OCH₃, -OC₂ H₅, -OC₃ H₇, -OC₄ H₉, -OC $_{5}$ H $_{1}$ $_{0}$ $_{s}$ - C H $_{2}$ O C H $_{3}$ $_{s}$ - (C H $_{2}$) $_{3}$ O C H $_{3}$ $_{s}$ - C $H = C H_2$, $-C H = C H C H_3$, $-C H_2 C H = C H_2$, $-C H = C H C_2 H_5$, -C $H_2 C H = C H C H_3$, $- (C H_2)_2 C H = C H_2$, $- C H = C H C_3 H_7$, $- C H_2$ $CH = CHC_2H_5$, $-(CH_2)_2CH = CHCH_3$, $-(CH_2)_3CH = CH_2$, - O C H $_2$ C H = C H $_2$, - O C H $_2$ C H = C H C H $_3$, - O C H $_2$ C H = C H C $_2$ H $_5$ 、 - C F 2 C F 3 、 - C F 2 C H F 2 、 - C F 2 C H 2 F 、 - (C F 2) 2 C F 3 、 - C F 2 C H F C F 3 \ - C H F C F 2 C F 3 \ - O C F 2 C F 3 \ - O C F 2 C H F 2 \ -OCF2 CH2 F、-OCF2 CF2 CF3、-OCF2 CHFCF3、および-OCH FCF₂ CF₃ である。

[0056]

RaまたはRbのより好ましい具体的な例は、-CH3、-C2H5、-C3H7、-C 4 H 9 、 - C 5 H 1 0 、 - O C H 3 、 - O C 2 H 5 、 - O C 3 H 7 、 - O C 4 H 9 、 -OC₅ H₁₀, -CH₂ OCH₃, -CH=CH₂, -CH=CHCH₃, -CH₂ CH = C H $_2$ 、 - C H = C H C $_2$ H $_5$ 、 - C H $_2$ C H = C H C H $_3$ 、 - (C H $_2$) $_2$ C H = C H_2 , $-CH = CHC_3H_7$, $-CH_2CH = CHC_2H_5$, $-(CH_2)_2CH = CH$ CH3、および- (CH2) 3 CH=CH2 である。

[0057]

Raの更に好ましい具体的な例は、 $-CH_3$ 、 $-C_2H_5$ 、 $-C_3H_7$ 、 $-C_4H_9$ 、 $-C_5H_{10}$, $-CH=CH_2$, $-CH=CHCH_3$, $-(CH_2)_2CH=CH_2$, \Rightarrow よび-(CH_2) $_2$ $CH=CHCH_3$ である。Rbの更に好ましい具体的な例は、-OC H_3 、 $-OC_2$ H_5 および $-OC_3$ H_7 である。

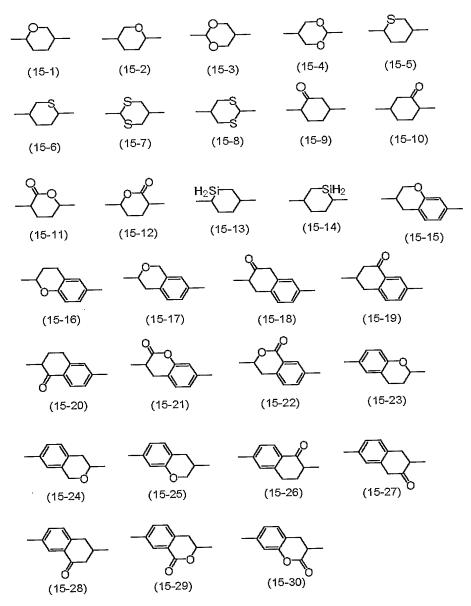
[0058]

式 (1) における A^1 、 A^{11} 、 A^{12} 、 A^2 、 A^{21} および A^{22} は、独立して1, 4-シクロヘキシレン、1,4-フェニレン、デカヒドロナフタレン-2,6-ジイル、 1, 2, 3, 4ーテトラヒドロナフタレン-2, 6ージイルまたはナフタレン-2, 6ー ジイルである。これらの環において、任意の一CH2 ーは一〇一、一S一、一CO一、ま たは-SiH2-で置き換えられてもよく、そして任意の水素はハロゲンで置き換えられ てもよい。

[0059]

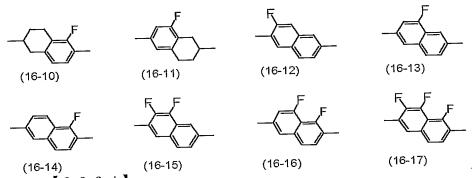
上記の定義による環状基の例は、下記の式(15-1)~式(15-30)で示される 環状基である。これらのうちの好ましい例は、式(15-1)、式(15-2)、式(15-3)、式(15-4)、式(15-15)および式(15-23)である。

[0060]



[0061]

上記の定義によるハロゲン置換環状基の例は、下記の式(16-1)~式(16-17)で表される環状基である。これらのうちの好ましい例は、式(16-1)、式(16-2)、式(16-3)、式(16-5)、式(16-7)、式(16-8)、式(16-10)、式 (16-14)、式 (16-16) および式 (16-17) である。 [0062]



[0064] A^1 、 A^{11} 、 A^{12} 、 A^2 、 A^{21} または A^{22} の好ましい例は、1, 4 ーシクロへ キシレン、1,3-ジオキサン-2,5-ジイル、4,6-ジオキサン-2,5-ジイル 、1,4-フェニレン、2-フルオロー1,4-フェニレン、3-フルオロ1,4-フェ ニレン、2,3ージフルオロー1,4ーフェニレン、デカヒドロナフタレンー2,6ージ イル、1,2,3,4ーテトラヒドロナフタレン-2,6ージイル、およびナフタレンー 2, 6-ジイルである。より好ましい例は、1, 4-シクロヘキシレン、1, 4-フェニ レン、2-フルオロ-1,4-フェニレン、3-フルオロ-1,4-フェニレン、または 2, 3-ジフルオロー1, 4-フェニレンである。更に好ましい例は、1, 4-シクロへ キシレン、1,4-フェニレン、2-フルオロ-1,4-フェニレン、および3-フルオ ロー1, 4-フェニレンである。そして、 A^1 または A^2 の特に好ましい例は1, 4-シ クロヘキシレンおよび1, 4-フェニレンである。

[0065]

式(1)において、 Z^1 は単結合、-(CH_2) $_2$ -、-COO-、-OCO-、-C $F_2 O-, -OCF_2-, -CH=CH-, -CF=CF-, -CH_2 CO-, -COC$ $H_2 - CH_2 S i H_2 - S i H_2 CH_2 - (CH_2) _4 - CH = CH (CH_2)_2 - . - (CH_2)_2 - CH = CH - . - (CH_2)_2 CF_2 O - .$ $\sharp ct - .$ OCF₂ (CH₂)₂ - σ os os of constant Z^2 , Z^{1} , Z^{1} , Z^{2} , Z^{2} is Z^{2} is Z^{2} 、独立して単結合、- (CH2) 2 -、-COO-、-OCO-、-CH2O-、-OC $H_2 - CF_2 O - CF_2 - CF_2 - CF_2 - CF_2 CF_2 - CF_2 CF_2 CO$ -, -COCH₂-, -CH₂ SiH₂-, -SiH₂ CH₂-, - (CH₂)₄-, - $(C H_2)_3 - O - , -O - (C H_2)_3 - , -C H = C H - (C H_2)_2 - , - (C H_2)_3 - , - (C H_2)_3$ $_2$) $_2$ - $\mathrm{C}\,\mathrm{H}=\mathrm{C}\,\mathrm{H}-$ 、- ($\mathrm{C}\,\mathrm{H}_2$) $_2$ $\mathrm{C}\,\mathrm{F}_2$ O-、または- O $\mathrm{C}\,\mathrm{F}_2$ ($\mathrm{C}\,\mathrm{H}_2$) $_2$ - で ある。

[0066]

 Z^1 の好ましい例は単結合、- (CH₂) $_2$ -、-COO-、-OCO-、-CF₂O -, -OCF₂ -, -CH=CH-, -(CH₂)₄ -, -CH=CH-(CH₂)-, - (CH2) - CH=CH-、- (CH2) 2 CF2 O-および-OCF2 (CH2) 2 -である。より好ましい例は単結合、- (CH2)2-、-CF2O-、-OCF2-、 -CH = CH -, -(CH₂)₄ -, -CH = CH - (CH₂)₂ - , <math>-(CH₂)₂ -CH=CH-、-(CH₂)₂ CF₂ O-および-OCF₂ (<math>CH₂)₂ -である。そし T、 Z^1 の特に好ましい例は単結合および-CH=CH-である。なお、-CH=CH-、-СH=СH- (СH2) 2 -、および- (СH2) 2 - СH=СH-のような結合基 の二重結合に関する立体配置はシスよりもトランスが好ましい。

[0067]

 Z^2 、 Z^{11} 、 Z^{12} 、 Z^{21} または Z^{22} の好ましい例は、単結合、-(CH_2) 2 -, -COO-, -OCO-, -CH2O-, -OCH2-, -CF2O-, -OCF2 -, -CH=CH-, -CF=CF-, -(CH $_2$) $_4$ -, -(CH $_2$) $_3$ -O-, -O $-(CH_2)_3-,-CH=CH-(CH_2)_2-,-(CH_2)_2-CH=CH-,-$ (CH2) 2 CF2 O-および-OCF2 (CH2) 2 -である。より好ましい例は、単 結合、- (CH2) 2-、-CH2O-、-OCH2-、-CF2O-、-OCF2-、

-CH=CH-、-(CH₂)₂CF₂O-および-OCF₂(CH₂)₂-である。そして、 Z^2 、 Z^{1} 1、 Z^{1} 2、 Z^{2} 1 または Z^{2} 2 の特に好ましい例は、単結合、-CH $_2$ O - 、- O C H $_2$ - 、- C F $_2$ O - および- O C F $_2$ - である。なお、- C H = C H -、-CH=CH-(CH2)2-、-(CH2)2-CH=CH-のような結合基の二重 結合に関する立体配置はシスよりもトランスが好ましい。

[0068]

式(1)において、Xは-CF2Hまたは-CF3である。j、k、m、n、pおよび qは独立して0または1であり、そしてこれらの合計は1、2または3である。即ち、化 合物(1)は2~4の環を有する化合物である。mが0であるときjおよびkはどちらも 0であり、nが0であるときpおよびqはどちらも0である。j、kおよびmの合計は1 または2であることが好ましく、そしてn、pおよびqの合計も1または2であることが 好ましい。但し、mが0であるとき、Raは水素、アルコキシおよびアルコキシメチルの いずれでもない。mが 0 であり、かつ X がー C F 3 であるとき、R a は 1 ーアルケニルで ある。そして、mが1であり、かつ $Xが-CF_3$ であるとき、 Z^1 は-CH=CH-であ る。

[0069]

前記のように、 A^1 または A^2 の特に好ましい例は、1, 4-フェニレンおよび1, 4 $-シクロヘキシレンである。従って、特に好ましい式(1)の例は、<math>A^1$ および A^2 が共 に1, 4-フェニレンである場合、 A^1 が1, 4-フェニレンであり、そして A^2 が1, 4-シクロヘキシレンである場合、 A^1 が1 , 4-シクロヘキシレンであり、そして A^2 が1, 4 - フェニレンである場合、および A^1 および A^2 が共に1, 4 - シクロヘキシレ ンである場合である。

[0070]

前記のように、 Z^1 の特に好ましい例は単結合および-CH=CH-である。 Z^2 の特 に好ましい例は単結合、-CH2O-、-OCH2-、-CF2O-および-OCF2-である。即ち、式(1)において Z^1 および Z^2 の少なくとも1つが単結合であることは 、化合物(1)の好ましい例の1つである。

[0071]

 $Xが-CF_2$ Hであり、mが0であり、そしてn、pおよびqの合計が1、2、または 3であるとき、 Z^2 が $-CH_2$ O-、 $-OCH_2$ -、 $-CF_2$ O-または $-OCF_2$ -で あることが好ましい。

[0072]

Xが-C F_2 Hであり、mおよび k が 1 であり、そして j および n が 0 であるとき、Raがアルキルまたはアルケニルであり、R bがアルコキシであり、 A^1 および A^{1-1} が独 立して1,4-フェニレンまたは1,4-シクロヘキシレンであり、そして Z^1 および Z 1 1 が共に単結合であることが好ましい。

[0073]

Xが-CF2 Hであり、mが1であり、そしてj、kおよびnが0であるとき、Raが アルキルまたはアルケニルであり、R b がアルコキシであり、 A^1 が1,4 - シクロヘキ シレンであり、そして Z^1 が単結合または-CH=CH-であることが好ましい。このと き、Z1が一CH=CH-であることが更に好ましい。

[0074]

Xが-CF2 Hであり、mおよびkが1であり、そしてjおよびnが0であるとき、R aはアルキルまたはアルケニルであり、R b はアルコキシであり、 A^1 および A^{1-1} が共 に 1 , 4 ーシクロヘキシレンであり、 Z^1 がーCH=CHーであり、そして Z^{1-1} が単結 合であることが好ましい。

[0075]

Xが-CF₂Hであり、mが0であり、nが1であり、そしてpおよびqが共に0であ るとき、R a がアルキルであり、R b がアルキルまたはアルケニルであり、 A^2 が 1 , 4-シクロヘキシレンであり、そして Z^2 が $-OCH_2$ 一であることが好ましい。

[0076]

Xが-CF2 Hであり、mおよびqが0であり、そしてnおよびpが1であるとき、R aがアルキルであり、R bがアルキルまたはアルケニルであり、 $A^{\frac{1}{2}}$ および A^{2-1} が共に 1, 4-シクロヘキシレンであり、 Z^2 が $-OCH_2$ -であり、そして Z^{2-1} が単結合で あることが好ましい。

[0077]

Xが-C F_2 Hであり、mおよびnが1 であり、そしてj、k、pおよびqがいずれも 0であるとき、R a およびR b が独立してアルキルまたはアルケニルであり、A 1 および A^2 が共に1, 4 ーフェニレンであり、そして Z^1 および Z^2 が共に単結合であることが 好ましい。

[0078]

Xが-C F_2 Hであり、mおよびnが1であり、そしてj、k、pおよびqがいずれも 0であるとき、R a およびR b が独立してアルキルまたはアルケニルであり、 A^1 が 1 , 4-シクロヘキシレンであり、 A^2 が1,4-フェニレンであり、そして Z^1 および Z^2 が共に単結合であることが好ましい。

[0079]

Xが-C F_2 Hであり、mおよびnが1であり、そしてj、k、pおよびqが0である とき、RaおよびRbが独立してアルキルまたはアルケニルであり、 A^1 が1, 4-フェニレンであり、 A^2 が 1 , 4 - シクロヘキシレンであり、かつ Z^1 および Z^2 が共に単結 合であることが好ましい。

[080]

Xが $-CF_3$ であり、そしてmが0であるとき、 Z^2 が単結合であることが好ましい。

[0081]

XがC F_3 であり、mが1であり、そしてn+p+qの合計が1または2であるとき、 Z^{1} は-CH=CH-であり、そして Z^{2} が単結合であることが好ましい。

[0082]

Xが-C F_3 であり、mが1であるとき、 A^1 が1,4-シクロヘキシレンであることが好ましい。

[0083]

XがC F $_3$ であり、mが1 であり、そしてj 、k およびnが0 であるとき、R a がアル キルまたはアルケニルであり、R b がアルコキシであり、 A^1 が 1 , 4 - シクロヘキシレ ンであり、そして Z^{1} が-CH=CH-であることが好ましい。

[0084]

Xが $-CF_3$ であり、mおよびkが1であり、そしてjおよびnが0であるとき、 A^1 および A^{1} が共に1, 4 - シクロヘキシレンであり、 Z^{1} が- C H = C H - であり、そ してZ¹が単結合であることが好ましい。

[0085]

XがC F_3 であり、m、j およびkがすべて1 であり、そしてnが0 であるとき、 A^1 、 $\mathrm{A}^{\,1\,\,1}$ および $\mathrm{A}^{\,1\,\,2}$ がいずれも $\,1$, $\,4\,$ ーシクロヘキシレンであり、 $\mathrm{Z}^{\,1}$ が $\,$ ー $\mathrm{C}\,\mathrm{H}$ $\,$ = $\mathrm{C}\,\mathrm{H}$ -であり、そして Z^{1} 1 および Z^{1} 2 のどちらも単結合であることが好ましい。

[0086]

なお、化合物(1)は 2 H(重水素)、 1 3 Cなどの同位体を天然存在比の量より多く 含んでもよい。このとき、化合物の物性に大きな差異はない。

[0087]

式(1)の好ましい例は、下記の式(1-1)~式(1-18)である。

$$HF_2C$$
 F $R_a-A^1-Z^1$ Rb (1-1)

$$HF_2C \qquad F$$

$$Ra \longrightarrow Z^2 - A^2 - R_b \qquad (1-2)$$

$$R_a - A^{11} - Z^{11} - A^1 - Z^1$$
 - Rb (1-3)

$$HF_2C$$
 F $R_a-A^1-Z^1$ $Z^2-A^2-R_b$ (1-4)

$$HF_2C$$
 F $Z^2-A^2-Z^{21}-A^{21}-R_b$ (1-5)

$$\begin{array}{c}
HF_2C F \\
R_a - A^{12} - Z^{12} - A^{11} - Z^{11} - A^{1} - Z^{1}
\end{array}$$
Rb (1-6)

$$R_a - A^{11} - Z^{11} - A^1 - Z^1$$
 $Z^2 - A^2 - R_b$ (1-7)

$$HF_2C$$
 F $R_a-A^1-Z^1$ $Z^2-A^2-Z^{21}-A^{21}-R_b$ (1-8)

HF₂C F
Ra
$$Z^2$$
-A²¹-A²¹-Z²²-A²²-R_b (1-9)

$$F_3C$$
 F R_a-A^1 R_b (1-10)

$$F_3C$$
 F (1-11)

$$F_3C$$
 F $R_3 - A^{11} - Z^{11} - A^1$ R_5 R_5

$$F_3C$$
 F $Z^2-A^2-R_b$ (1-13)

$$F_3C$$
 F $Z^2-A^2-Z^{21}-A^{21}-R_b$ (1-14)

$$F_3C$$
 F Rb (1-15)

$$F_3C$$
 F $Z^2-A^2-R_b$ (1-16)

$$F_3C$$
 F $Z^2-A^2-Z^{21}-A^{21}-R_b$ (1-17)

$$F_3C$$
 F $Z^2-A^2-Z^{21}-A^{21}-Z^{22}-A^{22}-R_b$ (1-18)

これらの式中の記号は、式(1)におけるそれぞれの記号と同様の意味を有し、それらの 好ましい例も同じである。

[0089]

式 (1-1) ~式 (1-18) において、 Z^1 および Z^2 の少なくとも1つが単結合で あることが特に好ましい。

[0090]

式 (1-1) において、Raがアルキルまたはアルケニルであり、Rbがアルコキシで あり、 A^1 が 1 , 4 ーシクロヘキシレンであり、そして Z^1 が単結合または-CH=CH- であることが好ましい。

[0091]

式 (1-2) において、R a がアルキルであり、R b がアルキルまたはアルケニルであ り、 A^2 が1,4 - シクロヘキシレンであり、そして Z^2 が- O C H_2 - であることが好 ましい。

[0092]

式 (1-2)、式 (1-4)、式 (1-5)、式 (1-7)、式 (1-8)、および式 (1-9) において、 Z^2 が $-CH_2O-$ 、 $-OCH_2-$ 、 $-CF_2O-$ 、または-OCF 2 - であることが好ましい。

[0093]

式 (1-3) において、Raがアルキルまたはアルケニルであり、Rbがアルコキシで あり、 A^1 および $A^{1\ 1}$ が共に1 ,4 - シクロヘキシレンであり、そして Z^1 および Z^1 1 が共に単結合であることが好ましい。

[0094]

式 (1-3) において、Raがアルキルまたはアルケニルであり、Rbがアルコキシで

あり、 A^1 および $A^{1\ 1}$ が共に1 ,4 ーシクロヘキシレンであり、 Z^1 がーCH = CH -であり、そして Z^{1} が単結合であることが好ましい。

[0095]

式 (1-3) において、Raがアルキルまたはアルケニルであり、Rbがアルコキシで あり、 A^1 が1,4 ーフェニレンであり、 $A^{1\ 1}$ が1,4 ーシクロヘキシレンであり、そ して Z^1 および Z^{1} が共に単結合であることが好ましい。

[0096]

式 (1-3) において、Raがアルキルまたはアルケニルであり、Rbがアルコキシで あり、 A^1 および $A^{1\,1}$ が共に1 , 4-フェニレンであり、そして Z^1 および $Z^{1\,1}$ が共 に単結合であることが好ましい。

[0097]

式 (1-4) において、R a およびR b が独立してアルキルまたはアルケニルであり、 A^1 および A^2 が共に1 ,4 ーフェニレンであり、そして Z^1 および Z^2 が共に単結合で あることが好ましい。

[0098]

式 (1-4) において、R a およびR b が独立してアルキルまたはアルケニルであり、 A^1 $\acute{m}1$, 4- \flat \flat D D およびZ²が共に単結合であることが好ましい。

[0099]

式 (1-4) において、RaおよびRbが独立してアルキルまたはアルケニルであり、 Z² が共に単結合であることが好ましい。

[0100]

式 (1-5) において、Raがアルキルであり、Rbがアルキルまたはアルケニルであ り、 A^2 および $A^{2\ 1}$ が共に1,4 - シクロヘキシレンであり、 Z^2 が- O C H_2 - であ り、そして Z^{2-1} が単結合であることが好ましい。

[0101]

式 (1-10)、式 (1-12)、式 (1-13)、および式 (1-15) \sim 式 (1-15)17) において、 A^1 が 1, 4-シクロヘキシレンであることが好ましい。

[0102]

式 (1-10) において、Raがアルキルまたはアルケニルであり、Rbがアルコキシ であり、そして A^1 が1, 4-シクロヘキシレンであることが好ましい。

[0103]

式 (1-12) において、 A^1 および A^{1-1} が1, 4-シクロヘキシレンであり、そして Z ^{1 1} が単結合であることが好ましい。

[0104]

式 (1-12) において、Raがアルキルまたはアルケニルであり、Rbがアルコキシ であり、 A^1 および $A^{1\,1}$ が共に1 , $4-シクロヘキシレンであり、そして<math>Z^{1\,1}$ が単結 合であることが好ましい。

[0105]

式 (1-15) において、 A^1 、 A^{11} 、および A^{12} がすべて1, 4-シクロヘキシレンであり、 Z^{1} および Z^{1} が共に単結合であることが好ましい。

[0106]

次に本発明の液晶組成物について説明する。

本発明の液晶組成物は化合物(1)の少なくとも1つを含有し、そして少なくとも1つ の光学活性化合物を含有してもよい組成物である。本発明の組成物は、化合物(1)以外 の液晶性化合物を含有することができる。化合物 (1) 以外の好ましい液晶性化合物は、 次の式(2)~式(14)のそれぞれで表される化合物からなる群から選択される化合物 である。

[0107]

$$R^{1}-B^{1}-Z^{4}-X^{1}$$
 (2)

$$R^{1}-B^{1}-Z^{4}-D-Z^{5}-$$

$$X^{1}$$
(3)

$$R^{1} - B^{1} - D - Z^{4} - E - Z^{5} - X^{1}$$
 (4)

[0108]

これらの式において、 R^1 は炭素数 $1 \sim 100$ アルキルである。このアルキルにおいて、任意の $-CH_2$ -tt-O -c で置き換えられてもよく、任意の $-(CH_2)_2$ -tt-CH=CH -c といって置き換えられてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き換えられてもよい。 R^1 はフッ素、塩素、 $-OCF_3$ 、 $-OCHF_2$ 、 $-CF_3$ 、 $-CHF_2$ 、 $-CH_2$ F、 $-OCF_2$ CHF2 または $-OCF_3$ CHFCF3 である。 R^1 および R^1 ひは独立して R^1 はフッカロへキシレン、 R^1 R^1

[0109]

$$R^{2}-G-J-\frac{1}{b}Z^{6}-\frac{1}{b$$

$$R^{2}-G-\left(J\right) \xrightarrow{b} Z^{6} \left(\sum_{c} X^{2}\right)$$
 (5-b)

$$\mathbb{R}^{3} \xrightarrow{\mathbb{N}} \mathbb{N} \xrightarrow{\mathbb{N}} \mathbb{C}^{5}$$

[0110]

これらの式において、 R^2 および R^3 は独立して炭素数 $1\sim 10$ のアルキルである。このアルキルにおいて、任意の $-CH_2-$ は-0-で置き換えられてもよく、任意の $-(CH_2)_2-$ は-CH=CH-で置き換えられてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き換えられてもよい。 X^2 は-CNまたは $-C\equiv C-CN$ である。G は 1 、 4-シクロヘキシレン、1 、 4-フェニレン、1 、 3-ジオキサン-2 、 5-ジイルである。1 は 1 、 4-シクロヘキシレン、1 、 4-フェニレン、1 、 4-シクロヘキシレン、1 、 4-フェニレン、1 の水素がフッ素で置き換えられた 1 、 1 の 1

[0111]

$$\mathbb{R}^{4} - \mathbb{Z}^{7} - \mathbb{P}^{1} - \mathbb{Z}^{8} - \mathbb{R}^{5}$$
 (8)

$$R^4 - M - Z^7 - F F$$

$$R^5$$
(10)

$$R^4 - Z^7 - P^1 - Z^8 - F F$$
 (11)

[0112]

これらの式において、 R^4 は炭素数 $1\sim 10$ のアルキルであり、そして R^5 はフッ素ま たは炭素数1~10のアルキルである。これらのアルキルにおいて、任意の-СН2-は -O-で置き換えられてもよく、任意の- (CH₂)₂-は-CH=CH-で置き換えら れてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き換えられてもよい。Mおよび P^1 は独立し て1,4-シクロヘキシレン、1,4-フェニレンまたはデカヒドロー2,6-ナフチレ ンである。 Z^7 および Z^8 は独立して $-(CH_2)_2$ -、-COO-または単結合である 。そして、 L^6 および L^7 は独立して水素またはフッ素であり、 L^6 と L^7 の少なくとも 1つはフッ素である。

[0113]

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - R^7$$
 (12)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - Z^{10} - U - R^7$$
 (13)

$$R^6 - Q - Z^9 - T - U - R^7$$
 (14)

[0114]

これらの式において、 R^6 および R^7 は独立して炭素数 $1\sim 10$ のアルキルである。こ のアルキルにおいて、任意の一CH2ーは一Oーで置き換えられてもよく、任意の一(C H₂)₂ーは-CH=CH-で置き換えられてもよく、そして任意の水素はフッ素で置き 換えられてもよい。Q、TおよびUは独立して1,4-シクロヘキシレン、1,4-フェ ニレン、ピリミジンー2、5ージイル、または少なくとも1つの水素がフッ素で置き換え られた 1 , 4-フェニレンである。そして Z^9 および Z^{10} は独立して- C \equiv C - 、- COO-、-(CH₂)₂-、<math>-CH=CH-、-CH₂O-または単結合である。

[0115]

本発明の液晶組成物の最初の例は、化合物(1)の少なくとも1つと、化合物(2)、

化合物 (3) および化合物 (4) からなる群から選択される少なくとも1つの化合物とを 含有し、少なくとも1つの光学活性化合物を含有してもよい組成物である。

[0116]

本発明の液晶組成物の2番目の例は、化合物(1)の少なくとも1つと、化合物(5a)、化合物(5-b)および化合物(6)からなる群から選択される少なくとも1つの 化合物とを含有し、少なくとも1つの光学活性化合物を含有してもよい組成物である。

[0117]

本発明の液晶組成物の3番目の例は、化合物(1)の少なくとも1つと、式(7)~式 (11) のそれぞれで表される化合物からなる群から選択される少なくとも1つの化合物 とを含有し、少なくとも1つの光学活性化合物を含有してもよい組成物である。

[0118]

本発明の液晶組成物の4番目の例は、化合物(1)の少なくとも1つと、化合物(12)、化合物(13)および化合物(14)からなる群から選択される少なくとも1つの化 合物とを含有し、少なくとも1つの光学活性化合物を含有してもよい組成物である。

[0119]

本発明の液晶組成物の5番目の例は、最初の例で示した化合物の組み合わせに加えて、 化合物(5-a)、化合物(5-b)および化合物(6)からなる群から選択される少な くとも1つの化合物をさらに含有する組成物である。即ち、化合物(1)の少なくとも1 つ、化合物(2)、化合物(3)および化合物(4)からなる群から選択される少なくと も1つの化合物、並びに化合物(5-a)、化合物(5-b)および化合物(6)からな る群から選択される少なくとも1つの化合物を含有し、少なくとも1つの光学活性化合物 を含有してもよい組成物である。

[0120]

本発明の液晶組成物の6番目の例は、最初の例で示した化合物の組み合わせに加えて、 化合物(12)、化合物(13)および化合物(14)からなる群から選択される少なく とも1つの化合物を更に含有する組成物である。即ち、化合物(1)の少なくとも1つ、 化合物(2)、化合物(3)および化合物(4)からなる群から選択される少なくとも 1つの化合物、並びに化合物(12)、化合物(13)および化合物(14)からなる群か ら選択される少なくとも1つの化合物を含有し、少なくとも1つの光学活性化合物を含有 してもよい組成物である。

$[0 \ 1 \ 2 \ 1]$

本発明の液晶組成物の7番目の例は、2番目の例で示した化合物の組み合わせに加えて 、化合物(12)、化合物(13)および化合物(14)からなる群から選択される少な くとも1つの化合物をさらに含有する組成物である。即ち、化合物(1)の少なくとも1 つ、化合物(5-a)、化合物(5-b)および化合物(6)からなる群から選択される 少なくとも1つの化合物、並びに化合物(12)、化合物(13)および化合物(14) からなる群から選択される少なくとも1つの化合物を含有し、少なくとも1つの光学活性 化合物を含有してもよい組成物である。

[0122]

なお、式(2)~式(14)において、複数の式に用いられた同一の記号は同一の意味 を有してもよいし、異なる意味を有してもよい。同一の記号が異なる意味を有する場合の 例は、化合物(2)の \mathbb{R}^1 がアルキルであり、そして化合物(3)の \mathbb{R}^1 がアルケニルで ある場合である。

[0123]

次に、本発明の化合物(1)をさらに説明する。この化合物は、2-ジフルオロメチル -3-フルオロ-1,4-フェニレンまたは2-トリフルオロメチル-3-フルオロ-1 4-フェニレンを有する2環、3環または4環の化合物である。この化合物は、素子が 通常使用される条件下において物理的および化学的に極めて安定であり、そして他の液晶 性化合物との相溶性がよい。この化合物を含有する組成物は素子が通常使用される条件下 で安定である。この組成物を低い温度で保管しても、この化合物が結晶(またはスメクチ

ック相)として析出することがない。この化合物は、液晶材料として必要な一般的物性、 適切な光学異方性、そして適切な誘電率異方性を有する。

[0124]

化合物(1)の末端基、環および結合基を適切に選択することによって、光学異方性、 誘電率異方性などの物性を任意に調整することが可能である。末端基、環および結合基の 種類が、化合物(1)の物性に与える効果を以下に説明する。

[0125]

化合物(1)は負の誘電率異方性を有する。この化合物を構成する置換基または/およ び結合基が適正に選択されれば、この化合物は負に大きな誘電率異方性を示す。負で大き な誘電率異方性を有する化合物は、IPSあるいはVA用途の組成物のしきい値電圧を下 げるために有用な成分である。

[0126]

RaまたはRbが直鎖であるときは液晶相の温度範囲が広くそして粘度が小さい。Ra またはRbが分岐鎖であるときは他の液晶性化合物との相溶性がよい。RaまたはRbが 光学活性基である化合物は、キラルドーパントとして有用である。この化合物を組成物に 添加することによって、素子に発生するリバース・ツイスト・ドメイン (Reverse twiste d domain)を防止することができる。RaまたはRbが光学活性基でない化合物は組成物 の成分として有用である。RaまたはRbがアルケニルであるとき、好ましい立体配置は 二重結合の位置に依存する。好ましい立体配置を有するアルケニル化合物は、高い上限温 度または液晶相の広い温度範囲を有する。

[0127]

 A^1 、 $A^{1\ 1}$ 、 $A^{1\ 2}$ 、 A^2 、 $A^{2\ 1}$ および $A^{2\ 2}$ において少なくとも2つが1,4-シクロヘキシレンであるときは、上限温度が高く、光学異方性が小さく、そして粘度が小 さい。少なくとも1つの環が1,4-フェニレンのときは、光学異方性が比較的大きく、 そして配向秩序パラメーター (orientational order parameter) が大きい。少なくとも 2つの環が1,4-フェニレンであるときは、光学異方性が大きく、液晶相の温度範囲が 広く、そして上限温度が高い。

[0128]

 Z^1 、 Z^{11} 、 Z^{12} 、 Z^2 、 Z^{21} または Z^{22} が単結合、 $-(CH_2)_2-,-C$ F_2 O-、-OCF₂ -、-CH=CH-または-CF=CF-であるときは粘度が小さ い。結合基が単結合、一〇CF2 一、一CF2 〇一、または一CH=CHーであるときは 粘度がより小さい。結合基が一CH=CH-であるときは液晶相の温度範囲が広く、そし て弾性定数比 K 3 3 / K 1 1 (K 3 3 : ベンド弾性定数、 K 1 1 : スプレイ弾性定数) が 大きい。

[0129]

 A^1 および A^2 の少なくとも1つがフッ素で置換されていてもよい1, 4 -フェニレン であり、かつこの環と直結する結合基 Z^1 および Z^2 が単結合である化合物は、誘電率異 方性が負でさらに大きく、また同時に光学異方性が大きい。

[0130]

2 環または3 環である化合物 (1-1) ~化合物 (1-5) 、および化合物 (1-1))~化合物(1-14)は粘度が小さい。3環または4環である化合物(1-3)~化合 物(1-9)、および化合物(1-12)~化合物(1-18)は上限温度が高い。以上 のように、末端基、環および結合基の種類、環の数を適当に選択することにより目的の物 性を有する化合物を得ることができる。従って、化合物(1)、特に化合物(1-1) \sim 化合物(1-18)は、IPS、VAなどの素子に用いられる組成物の成分として有用で ある。

[0131]

化合物(1-1)、化合物(1-3)、化合物(1-4)、および化合物(1-6) \sim 化合物(1-8)において Z^1 が-CH=CH-である化合物は、負に大きな誘電率異方 性を示し、液晶相の温度範囲が広く、また粘度が小さい等、液晶材料として特に優れた物 性バランスを示す。

[0132]

化合物(1)は有機合成化学における手法を適切に組み合わせることにより合成するこ とができる。出発物に目的の末端基、環および結合基を導入する方法は、オーガニックシ ンセシス (Organic Syntheses, John Wiley & Sons, Inc) 、オーガニック・リアクショ ンズ (Organic Reactions, John Wiley & Sons, Inc)、コンプリヘンシブ・オーガニック ・シンセシス(Comprehensive Organic Synthesis, Pergamon Press)、新実験化学講座 (丸善) などに記載されている。

[0133]

着合基(Z^1 、 $Z^{1\ 1}$ 、 $Z^{1\ 2}$ Z^2 、 $Z^{2\ 1}$ または $Z^{2\ 2}$)を生成する方法の一例に関 して、最初にスキームを示し、次に項(I)~項(XI)でスキームを説明する。このスキ ームにおいて、 MSG^1 または MSG^2 は少なくとも1つの環を有する1価の有機基であ る。スキームで用いた複数の MSG^1 (または MSG^2)は、同一であってもよいし、ま たは異なってもよい。化合物(1A)~化合物(1K)は、化合物(1)または化合物(1-1) ~化合物(1-18)に相当する。

[0134]

$$MSG^{1}$$
— $B(OH)_{2}$ + HaI — MSG^{2} $Pd(PPh_{3})_{4}$, $Na_{2}CO_{3}aq$ MSG^{1} — MSG^{2} (1A)

MSG¹—Hal i)n-BuLi, ii)CO₂ MSG¹—OH OH O-MSG²
(23) Hal = Br, I (24)

MSG²—B(OH)₂
$$H_2O_2$$
aq MSG²—OH (25)

$$MSG^{1} \longrightarrow O-MSG^{2} \qquad Lawesson's reagent \qquad MSG^{1} \longrightarrow O-MSG^{2} \qquad HF-Py,NBS \qquad MSG^{1} \longrightarrow F-Py,NBS \qquad MSG^{1} \longrightarrow O-MSG^{2} \qquad (1C)$$

$$MSG^{1} \longrightarrow O \cdot MSG^{2} \xrightarrow{Lawesson's \ reagent} \qquad MSG^{1} \longrightarrow O \cdot MSG^{2} \xrightarrow{HF-Py, NBS} \qquad MSG^{1} \longrightarrow O \cdot MSG^{2} \xrightarrow{F} \qquad (1D)$$

[0135]

MSG
1
—CH=CH—MSG 2 $\xrightarrow{\text{H}_2,\text{Pd/C}}$ MSG 1 —MSG 2

$$MSG^{1}$$
 MSG^{2} H MSG^{2} H MSG^{1} H_{2} , $PDh_{3}^{+}Br^{-}$ MSG^{2} MSG^{1} MSG^{2} MSG^{1} MSG^{2} MSG^{2} MSG^{2}

[0136]

$$MSG^{2}-Hal \xrightarrow{i)n-BuLi, ii)} \xrightarrow{F} \xrightarrow{F} MSG^{2} \xrightarrow{F} MSG^{2}$$

$$(23) Hal = Br, 1$$

$$(32) \qquad Hal-MSG^{2}, n-BuLi$$

$$(22) Hal = Br, 1$$

$$(32) \qquad (11)$$

[0137]

[0138]

[0139]

(I) 単結合の生成

アリールホウ酸 (21) と公知の方法で合成される化合物 (22) とを、炭酸塩水溶液 とテトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウムのような触媒の存在下で反応させて 化合物 (1A) を合成する。この化合物 (1A) は、公知の方法で合成される化合物 (2 3) に n ーブチルリチウムを、次いで塩化亜鉛を反応させ、ジクロロビス (トリフェニル ホスフィン) パラジウムのような触媒の存在下で化合物(22)を反応させることによっ ても合成される。

[0140]

(II) -COO-と-OCO-の生成

化合物(23)にn-ブチルリチウムを、続いて二酸化炭素を反応させてカルボン酸(24)を得る。化合物(24)と、公知の方法で合成されるフェノール(25)とをDD C(1,3-ジシクロヘキシルカルボジイミド)とDMAP(4-ジメチルアミノピリジ ン) の存在下で脱水させて-СОО-を有する化合物(1B)を合成する。この方法によ って一OCO-を有する化合物も合成する。

[0141]

(III) - CF₂ O-と-OCF₂ -の生成

化合物 (1B) をローソン試薬のような硫黄化剤で処理して化合物 (26) を得る。化 合物 (26) をフッ化水素ピリジン錯体とNBS (N-ブロモスクシンイミド) でフッ素 化し、-CF2O-を有する化合物(1C)を合成する。M. Kuroboshi et al., Chem. L ett., 1992, 827.を参照。化合物(1 C)は化合物(2 6)を(ジエチルアミノ)サルフ ァートリフルオリド (DAST) でフッ素化しても合成される。W. H. Bunnelle et al., J. Org. Chem. 1990, 55, 768.を参照。この方法によって-OCF2 -を有する化合物 も合成する。Peer. Kirsch et al., Anbew. Chem. Int. Ed. 2001, 40, 1480. に記載の方 法によってこれらの結合基を生成させることも可能である。

$[0\ 1\ 4\ 2]$

(IV) - (CH₂)₂ CF₂ O-と-OCF₂ (CH₂)₂ -の生成

化合物 (1B) の代わりに米国特許第4834905号公報、米国特許第462793 3号公報開示の方法で合成されるプロピオン酸エステル誘導体(27)を用いて、項(II I) の方法に従って化合物 (1D) を合成する。この方法によって-OCF2-(CH2) 2 -を有する化合物も合成する。

[0143]

(V) -CH=CH-の生成

化合物(23)をn-ブチルリチウムで処理した後、N, N-ジメチルホルムアミド(DMF) などのホルムアミドと反応させてアルデヒド(29)を得る。公知の方法で合成 されるホスホニウム塩(30)をカリウムtert-ブトキシドのような塩基で処理して 発生させたリンイリドを、アルデヒド(29)に反応させて化合物(1E)を合成する。 反応条件によってはシス体が生成するので、必要に応じて公知の方法によりシス体をトラ ンス体に異性化する。

$[0\ 1\ 4\ 4\]$

(VI) - $(CH_2)_2 - CH = CH - と - CH = CH - (CH_2)_2 - の生成$

ホスホニウム塩 (30) の代わりにホスホニウム塩 (31) を用いて、項 (V) の方法 に従って化合物 (1F) を合成する。反応条件によってはシス体が生成するので、必要に 応じて公知の方法によりシス体をトランス体に異性化する。この方法によって-CH=C H- (CH2)2-を有する化合物も合成する。

[0145]

(VII) - (CH₂)₂ - の生成

化合物 (1E)をパラジウム/炭素のような触媒の存在下で水素化することにより、化 合物(1G)を合成する。

[0146]

(VIII) - (CH₂)₄ -の生成

化合物 (1F) パラジウム炭素のような触媒の存在下で接触水素化して化合物 (1H) を合成する。

[0147]

(IX) -CF=CF-の生成

化合物(23)をnーブチルリチウムで処理したあと、テトラフルオロエチレンを反応 させて化合物(32)を得る。化合物(22)を n ーブチルリチウムで処理したあと化合 物(32)と反応させて化合物(1Ⅰ)を合成する。

[0148]

(IX) - C H₂ O-または-O C H₂ - の生成

化合物 (29) を水素化ホウ素ナトリウムなどの還元剤で還元して化合物 (33) を得 る。これを臭化水素酸などでハロゲン化して化合物(34)を得る。炭酸カリウムなどの 存在下で、化合物 (34) を化合物 (25) と反応させて化合物 (1 J) を合成する。

[0149]

(X) - (CH₂) 3 O-または-O (CH₂) 3 -の生成

化合物(34)の代わりに化合物(37)を用いて、項(IX)の方法に従って化合物(1 K) を合成する。

[0150]

次に、式(1)においてXがジフルオロメチルである化合物を合成する方法の一例を下 記のスキームに示す。

Q1 Q2 ii) Sec-BuLi OHC F DAST
$$Q1$$
 Q1 Q2 (39) $Q1$ Q1 (1)

$$Q^{1} = Ra - (A^{12} - Z^{12})_{\overline{j}} - (A^{11} Z^{11})_{\overline{k}} - (A^{1} - Z^{1})_{\overline{m}}$$

$$Q^2 = -(Z^2 - A^2)_{\overline{n}} - (Z^{21} A^{21})_{\overline{p}} - (Z^{22} A^{22})_{\overline{q}} - Rb$$

これらの式における記号は式(1)における記号と同じ意味を有する。このことは以下に 示されるスキームにおいても同様である。

[0151]

例えば、化合物(39)は特開昭58-126823号公報、特開昭58-12122 5号公報、特開昭59-016840号公報、または特開昭59-042329号公報に 開示の方法で合成される3-フルオロベンゼン誘導体(38)にsec-ブチルリチウム 、次いでジメチルホルムアミドまたはホルミルピペリジンを反応させて合成する。これら の反応は、好ましくはジエチルエーテルまたはテトラヒドロフラン等のエーテル系炭化水 素などの溶媒中、-100℃から室温までの間の温度で行う。化合物(1)は化合物(3 9) にDAST等のフッ素化剤を反応させることによって合成する。この反応はジクロロ メタン等のハロゲン系炭化水素などの溶媒中、−100℃から溶媒の沸点までの間の温度 で行う。

[0152]

次に、pおよびqの合計が0であり、Rbがアルコキシである化合物(45)に関する 合成法の一例を示す。

Q1 OHO MOMCI, NaH Q1 OMOM ii) sec-BuLi OHC F OMOM (42)

$$DAST \qquad Q1 \qquad OMOM \qquad HCI \qquad HF_2C \qquad F OMOM \qquad HCI \qquad Q1 \qquad OHO MOM (42)$$

$$RI, K_2CO_3 \qquad DMF \qquad Q1 \qquad OHO MOM \qquad HCI \qquad HF_2C \qquad F OMOM \qquad HCI \qquad Q1 \qquad OHO MOM (44)$$

$$Q^{1} = Ra - (A^{12} - Z^{12})_{j} - (A^{11} - Z^{11})_{k} - (A^{1} - Z^{1})_{m}$$

これらの式において、Rは炭素数1~19のアルキルである。

[0153]

化合物(41)は、化合物(40)に順次水素化ナトリウムおよびクロロメチルメチル エーテル(MOMC1)を反応させて合成する。これらの反応は、好ましくはテトラヒド ロフランなどの溶媒中、-20℃から溶媒の沸点までの間の温度で行う。化合物(42) は化合物(41)にsec-ブチルリチウム、次いでジメチルホルムアミドまたはホルミ ルピペリジンを反応させて合成する。これらの反応は、好ましくはジエチルエーテルまた はテトラヒドロフラン等のエーテル系炭化水素などの溶媒中、−100℃から室温までの 間の温度で行う。化合物(43)は化合物(42)にDAST等のフッ素化剤を反応させ ることによって合成する。この反応はジクロロメタン等のハロゲン系炭化水素などの溶媒 中、−100℃から溶媒の沸点までの間の温度で行う。化合物(44)は化合物(43) の脱保護にて合成する。この反応はエタノール等のアルコール中、2 M塩酸等希塩酸を室 温から溶媒の沸点までの間の温度で反応させることで行う。化合物(45)は化合物(4 4) のエーテル化反応で合成する。この反応は炭酸ナトリウム等の塩基の存在下、ジメチ ルホルムアミド等の溶媒中、化合物(44)にアルキルヨージド等ハロゲン化アルキルを 室温から溶媒の沸点までの間の温度で反応させることにより行う。

[0154]

次に、n、pおよびqの合計が1以上であり、 Z^2 が-OCO-、-OCF $_2$ -、-O CF_2 (CH_2) $_2$ -、 $-OCH_2$ -、または-O (CH_2) $_3$ -である化合物 (46) ~ (50) に関する合成法の一例を示す。

$$Q^{1} = Ra - (A^{\frac{12}{Z}}Z^{12})_{j} - (A^{\frac{11}{Z}}Z^{11})_{k} - (A^{\frac{1}{Z}}Z^{1})_{m}$$

$$Q^{3} = - (Z^{\frac{21}{Z}}A^{21})_{p} - (Z^{\frac{22}{Z}}A^{22})_{q} - Rb$$

[0155]

化合物(46)~(50)は、前記の結合基を生成する方法においてアルコール(フェ ノール)中間体の代わりに化合物(44)を使用することによりそれぞれ合成される。

[0156]

 Z^1 、 $Z^{1\ 1}$ 、 $Z^{1\ 2}$ 、 Z^2 、 $Z^{2\ 1}$ または $Z^{2\ 2}$ が単結合であり、直結する環 A^1 、 $A^{1\ 1}$ 、 $A^{1\ 2}$ 、 A^2 、 $A^{2\ 1}$ または $A^{2\ 2}$ が1, 4 ーフェニレンである化合物($6\ 0$) および(63)は、上記の合成方法以外に以下の方法でも合成できる。

$$B_{\Gamma} = \underbrace{ \begin{array}{c} \text{i) n-Buli} \\ \text{(51)} \end{array}}_{\text{(51)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{i) n-Buli} \\ \text{ii) B(OCH_3)_3} \end{array}}_{\text{(52)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{(52)} \end{array}}_{\text{(52)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{i) sec-Buli} \\ \text{ii) DMF} \end{array}}_{\text{(53)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{OHC} \\ \text{(55)} \end{array}}_{\text{(55)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{DAST} \\ \text{MOMO} \end{array}}_{\text{(54)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{I) sec-Buli} \\ \text{ii) DMF} \end{array}}_{\text{MOMO}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{OHC} \\ \text{(55)} \end{array}}_{\text{(55)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{CSD} \\ \text{(56)} \end{array}}_{\text{(57)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HCI} \\ \text{HO} \\ \text{(57)} \end{array}}_{\text{(57)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(57)} \end{array}}_{\text{(58)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HCI} \\ \text{(59)} \\ \text{KBr, K3PO4} \end{array}}_{\text{(60)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(60)} \end{array}}_{\text{(63)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(62)} \end{array}}_{\text{(63)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(62)} \end{array}}_{\text{(63)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(63)} \end{array}}_{\text{(63)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(62)} \end{array}}_{\text{(63)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(63)} \end{array}}_{\text{(63)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(62)} \end{array}}_{\text{(63)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(63)} \end{array}}_{\text{(63)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(63)} \end{array}}_{\text{(63)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(62)} \end{array}}_{\text{(63)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(63)} \end{array}}_{\text{(63)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(63)} \end{array}}_{\text{(63)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(63)} \end{array}}_{\text{(63)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(62)} \end{array}}_{\text{(63)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(63)} \end{array}}_{\text{(63)}} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(64)} \\ \text{(64)} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text{C} \\ \text{(62)} \\ \text{(64)} \underbrace{ \begin{array}{c} \text{HF}_2\text$$

[0157]

化合物(52)は化合物(51)にn-ブチルリチウムを用いてリチオ化後、ホウ酸ト リメチル等のホウ酸エステルを反応させ、さらに塩酸、硫酸等で加水分解して合成する。 これらの反応は、好ましくはジエチルエーテルまたはテトラヒドロフラン等のエーテル系 炭化水素などの溶媒中、−100℃から室温までの間の温度で行う。化合物(53)は化 合物(52)を過酸化水素水または過酢酸等の過酸化物を作用、酸化することで合成する 。これらの反応は、好ましくはジエチルエーテルまたはテトラヒドロフラン等のエーテル 系炭化水素、あるいは蟻酸、酢酸等のカルボン酸中において、-20℃から溶媒の沸点ま での間の温度で行う。化合物(57)は上記で説明した化合物(40)から化合物(44)を合成する反応ルートにおいて、化合物 (40)の代わりに化合物 (53)を使用し、 同一の反応操作を適用することで合成する。化合物 (58) は化合物 (57) にピリジン 、トリエチルアミン等の塩基の存在下、無水トリフルオロメタンスルホン酸を反応するこ とにより合成する。これらの反応は、好ましくはジクロロメタン等のハロゲン系炭化水素 などの溶媒中、-20℃から室温までの間の温度で行う。化合物(60)は化合物(58)とホウ酸化合物 (59)と反応させることによって合成する。これらの反応は、好まし くはトルエン等の芳香族系炭化水素、ジオキサン、エチレングリコールジメチルエーテル 等のエーテル系炭化水素などの溶媒中、燐酸カリウム、炭酸カリウムなどの塩基の存在下 、金属触媒を用いて室温から溶媒の沸点までの間の温度で行う。金属触媒としてはテトラ

キス (トリフェニルホスフィン) パラジウム、ジクロロビス (トリフェニルホスフィン) パラジウム、パラジウムカーボンなどが用いられる。

[0158]

化合物(63)は上記で説明した化合物(57)から化合物(60)を合成する反応ル ートにおいて、化合物(57)および化合物(59)の代わりに化合物(44)および化 合物 (62) を使用し、同一の反応操作を適用することにより合成する。

[0159]

次に、式(1)においてXがトリフルオロメチルである化合物を合成する方法の一例を 下記のスキームに示す。

$$Q^{1} = Ra - (A^{12} - Z^{12})_{j} - (A^{11} - Z^{11})_{k} - (A^{1} - Z^{1})_{m}$$

$$Q^{2} = -(Z^{2} - A^{2})_{n} - (Z^{21} - A^{21})_{p} - (Z^{22} - A^{22})_{q} - Rb$$

[0160]

例えば、化合物(64)は特開昭58-126823号公報、特開昭58-12122 5号公報、特開昭59-016840号公報、または特開昭59-042329号公報に 開示の方法で合成される3-フルオロベンゼン誘導体(38)にsecーブチルリチウム 、次いでヨウ素を反応させて合成する。これらの反応は、好ましくはジエチルエーテルま たはテトラヒドロフラン等のエーテル系炭化水素などの溶媒中、−100℃から室温まで の間の温度で行う。化合物 (1) はQing-Yun Chen等のJ. Chem. So c., Chem. Commun., 1989, 705記載の方法に従い、化合物(64)にヨウ化第1銅存在下でフルオロスルホニルジフルオロ酢酸メチルを反応させることに よって合成する。この反応はジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド等の非プロト ン性極性溶媒中、60℃から溶媒の沸点までの間の温度で行う。

$[0\ 1\ 6\ 1\]$

nがOであり、Rbがアルコキシである化合物(69)の合成法の一例を下記のスキー ムに示す。化合物(69)は式(1-10)、式(1-12)および式(1-15)に該 当する。

F₃C F i) n-BuLi F₃C F OR ii) N-foromyl pyperidine OHG OR (65) Si(CH₃)₃ (66) Si(CH₃)₃

1) Ra-
$$(A^{12}-Z^{12})$$
 $(A^{11}-Z^{11})$ $(A^{11}-Z^{11}$

これらの式におけるRは炭素数1~19のアルキルである。

[0162]

例えば、化合物 (66) は、Synlett 1999, No. 4, 389-396に 記載の化合物(65)にn-ブチルリチウム、次いでN-ホルミルピペリジンを反応させ て合成する。これらの反応は、好ましくはジエチルエーテルまたはテトラヒドロフラン等 のエーテル系炭化水素などの溶媒中、−100℃から室温までの間の温度で行う。化合物 (68) は化合物 (66) へGrignard試薬 (67) を作用させたのち、得られる アルコール体をpートルエンスルホン酸等の酸触媒存在下に脱水反応を行うことで合成す る。さらに化合物(69)はN, N-ジメチルホルムアミド中フッ化セシウムあるいはテ トラブチルアンモニウムフルオリドのTHF溶液を(68)に作用することで合成する。

[0163]

次に、本発明の組成物をさらに詳しく説明する。この組成物の成分は化合物(1)、好 ましくは化合物(1-1)~化合物(1-18)から選ばれた複数の化合物のみであって もよい。好ましい組成物は化合物(1-1)~化合物(1-18)から選択された少なく とも1つの化合物を1~99%の割合で含有する。この組成物は化合物(2)~化合物(14)からなる群から選択される成分をも含有する。組成物を調製するときには、化合物 (1) の誘電率異方性の大きさを考慮して成分を選択する。

[0 1 6 4]

誘電率異方性が負で中程度の誘電率異方性を示す化合物 (1) を含有する好ましい組成 物は次のとおりである。この好ましい組成物は化合物(2)、化合物(3)および化合物 (4) からなる群から選択される少なくとも1つの化合物を更に含有する。別の好ましい 組成物は、化合物(5-a)、化合物(5-b)および化合物(6)からなる群から選択 される少なくとも1つの化合物を更に含有する。別の好ましい組成物は、これらの2つの 群からそれぞれ少なくとも1つ選択される化合物を更に含有する。これらの組成物は、液 晶相の温度範囲、粘度、光学異方性、誘電率異方性、しきい値電圧などを調整する目的で 、化合物(12)、化合物(13)および化合物(14)からなる群から選択される少な くとも1つの化合物をさらに含有してもよい。これらの組成物は、物性をさらに調整する 目的で、化合物 (7) ~化合物 (11) からなる群から選択される少なくとも1つの化合 物をさらに含有してもよい。これらの組成物は、AM-TN素子、STN素子などに適合 させる目的で、その他の液晶性化合物、添加物などの化合物をさらに含有してもよい。

[0165]

化合物(1)を含有する別の好ましい組成物は、化合物(12)、化合物(13)およ び化合物(14)からなる群から選択される少なくとも1つの化合物を更に含有する。こ の組成物は、物性をさらに調整する目的で、化合物(7)~化合物(11)からなる群か ら選択される少なくとも1つの化合物をさらに含有してもよい。この組成物は、AM-T N素子、STN素子などに適合させる目的で、その他の液晶性化合物、添加物などの化合 物をさらに含有してもよい。

[0166]

誘電率異方性が負で大きい化合物 (1) を含有する好ましい組成物は次のとおりである 。好ましい組成物は化合物(7)~化合物(11)からなる群から選択される少なくとも 1つの化合物を含有する。この組成物は、化合物(12)、化合物(13)および化合物 (14)からなる群から選択される少なくとも1つの化合物をさらに含有してもよい。こ の組成物は、物性をさらに調整する目的で、化合物(2)~化合物(6)からなる群から 選択される少なくとも1つの化合物をさらに含有してもよい。この組成物は、VA素子な どに適合させる目的で、その他の液晶性化合物、添加物などの化合物をさらに含有しても よい。

[0167]

別の好ましい組成物は、化合物(12)、化合物(13)および化合物(14)からな る群から選択される少なくとも1つの化合物を含有する。この組成物は、化合物(7)~ 化合物(11)からなる群から選択される少なくとも1つの化合物をさらに含有してもよ い。この組成物は、化合物(2)~化合物(6)からなる群から選択される少なくとも1 つの化合物をさらに含有してもよい。この組成物はその他の液晶性化合物、添加物などの 化合物をさらに含有してもよい。

[0168]

誘電率異方性が負で数値が小さい化合物 (1) を含有する好ましい組成物は次のとおり である。好ましい組成物は化合物(2)、化合物(3)および化合物(4)からなる群か ら選択される少なくとも1つの化合物を含有する。別の好ましい組成物は、化合物(5a) 、化合物(5-b)および化合物(6)からなる群から選択される少なくとも1つの 化合物を含有する。別の好ましい組成物は、このような2つのからなる群のそれぞれから 選択された少なくとも2つの化合物を含有する。これらの組成物は、液晶相の温度範囲、 粘度、光学異方性、誘電率異方性、しきい値電圧などを調整する目的で、化合物(12) 、化合物(13)および化合物(14)からなる群から選択される少なくとも1つの化合 物をさらに含有してもよい。この組成物は、物性をさらに調整する目的で、化合物 (7) ~化合物(11)からなる群から選択される少なくとも1つの化合物をさらに含有しても よい。この組成物は、AM-TN素子、STN素子などに適合させる目的で、その他の液 晶性化合物、添加物などの化合物をさらに含有してもよい。

[0169]

別の好ましい組成物は、化合物(7)~化合物(11)からなる群から選択される少な くとも1つの化合物を含有する。この組成物は、化合物(12)、化合物(13)および 化合物(14)からなる群から選択される少なくとも1つの化合物をさらに含有してもよ い。この組成物は、物性をさらに調整する目的で、化合物(2)~化合物(6)からなる 群から選択される少なくとも1つの化合物をさらに含有してもよい。この組成物は、VA 素子などに適合させる目的で、その他の液晶性化合物、添加物などの化合物をさらに含有 してもよい。

[0170]

化合物(2)、化合物(3)および化合物(4)は、誘電率異方性が正で大きいので、 AM-TN素子用の組成物に主として用いられる。この組成物において、これらの化合物 の量は $1 \sim 99\%$ である。好ましい量は $10 \sim 97\%$ である。より好ましい量は $40 \sim 9$ 5%である。この組成物に化合物(12)、化合物(13)または化合物(14)をさら に添加する場合、この化合物の好ましい量は60%以下である。より好ましい量は40% 以下である。

[0171]

化合物(5-a)、化合物(5-b)および化合物(6)は、誘電率異方性が正で非常 に大きいので、STN素子用の組成物に主として用いられる。この組成物において、これ らの化合物の量は1~99%である。好ましい量は10~97%である。より好ましい量 は $40\sim95\%$ である。この組成物に化合物(12)、化合物(13)または化合物(14)をさらに添加する場合、この化合物の好ましい量は60%以下である。より好ましい 量は40%以下である。

[0172]

化合物 (7) ~化合物 (11) は、誘電率異方性が負であるので、VA素子用の組成物 に主として用いられる。これらの化合物の好ましい量は80%以下である。より好ましい 量は40~80%である。この組成物に化合物(12)、化合物(13)または化合物(14)をさらに添加する場合、この化合物の好ましい量は60%以下である。より好まし い量は40%以下である。

$[0 \ 1 \ 7 \ 3]$

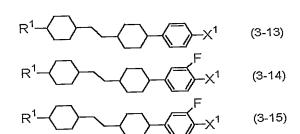
化合物(12)、化合物(13)および化合物(14)の誘電率異方性は小さい。化合 物(12)は粘度または光学異方性を調整する目的で主に使用される。化合物(13)お よび(14)は上限温度を上げて液晶相の温度範囲を広げる、または光学異方性を調整す る目的で使用される。化合物(12)、化合物(13)および化合物(14)の量を増加 させると組成物のしきい値電圧が高くなり、粘度が小さくなる。したがって、組成物のし きい値電圧の要求値を満たすかぎり多量に使用してもよい。

[0174]

化合物 (2) ~化合物 (14) の好ましい例は、化合物 (2-1) ~化合物 (2-9) 、化合物 (3-1) ~化合物 (3-97)、化合物 (4-1) ~化合物 (4-33)、化 合物 (5-1) ~化合物 (5-56) 、化合物 (6-1) ~化合物 (6-3) 、化合物 ((7-1) ~化合物 (7-4) 、化合物 (8-1) ~化合物 (8-6) 、化合物 (9-1)~化合物 (9-4)、化合物 (10-1)、化合物 (11-1)、化合物 (12-1)~ 化合物 (12-14)、化合物 (13-1) ~化合物 (13-31)、および化合物 (1 4-1) \sim 化合物(14-6)である。これらの化合物における記号は、化合物(2) \sim 化合物(14)におけるそれぞれの記号と同一の意味を有する。

[0175]

[0176]



$$R^1 \longrightarrow X^1 \qquad (3-16)$$

$$R^1 \longrightarrow X^1$$
 (3-17)

$$\mathbb{R}^{1} \longrightarrow \mathbb{R}^{1} \qquad (3-18)$$

$$R^1$$
 (3-19)

$$R^1$$
 X^1 (3-20)

$$R^1$$
 (3-21)

$$\mathbb{R}^1$$
 X^1 X^2 X^3 X^4

$$R^1$$
 X^1 X^2 X^3 X^4 X^3

$$R^1$$
 (3-24)

[0177]

$$R^1$$
 (3-25)

$$R^1$$
 (3-26)

$$R^1$$
 (3-27)

$$R^1$$
 (3-28)

$$R^1$$
 (3-29)

$$R^1$$
 (3-30)

$$R^1$$
 (3-31)

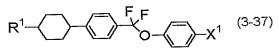
$$R^1$$
 (3-32)

$$R^1$$
 (3-33)

$$R^1$$
 (3-34)

$$R^1$$
 (3-35)

$$R^1$$
 (3-36)



$$R^1$$
 X^1 X^2 X^3 X^4 X^4

$$R^1 - X^1 - X^1$$

$$R^1$$
 Q X^1 Y^2 Y^3 Y^4 Y^4

$$R^1$$
 X^1 X^1 X^2 X^3 X^4

$$R^1$$
 \longrightarrow O \longrightarrow X^1 X^1 X^2 X^3

$$R^1$$
 X^1 $(3-44)$

$$R^1$$
 X^1 $(3-45)$

$$R^1 \longrightarrow X^1 \qquad (3-46)$$

$$R^1$$
 X^1 X^2 X^3 X^4 X^4

$$R^1$$
 X^1 X^1 X^2 X^3

[0178]

$$R^1$$
 X^1 X^2 X^3 X^4 X^4

$$R^1$$
 X^1 X^2 X^3 X^4 X^4 X^4 X^4 X^4 X^4 X^4

$$R^1 \longrightarrow X^1$$
 (3-51)

$$R^1$$
 X^1 X^2 X^3 X^4 X^4 X^4 X^4 X^4 X^4 X^4

$$R^1$$
 X^1 X^2 X^3 X^4 X^4

$$R^1$$
 X^1 X^2 X^3 X^4 X^4

$$R^1$$
 \longrightarrow X^1 X^2 X^3 X^4 X^4

$$R^1$$
 \longrightarrow X^1 $(3-56)$

$$R^1 - X^1 - X^1$$

$$R^1 - C - C - C - X^1$$
 (3-58)

$$R^1 - C - C - C - X^1$$
 (3-59)

$$R^{1} \longrightarrow F O \longrightarrow X^{1} (3-60)$$

$$R^{1}$$
 X^{1} X^{1} X^{2} X^{1} X^{2} X^{1} X^{2} X^{2} X^{3} X^{2} X^{2} X^{3} X^{2} X^{2} X^{3} X^{2} X^{3} X^{2} X^{3} X^{2} X^{3}

$$R^1$$
 (3-63)

$$R^1$$
 X^1 (3-64)

$$R^1$$
 (3-65)

$$R^1$$
 (3-66)

$$\mathbb{R}^{1} - \mathbb{Z}^{F} - \mathbb{Z}^{1} \qquad (3-67)$$

$$\mathbb{R}^{1} \longrightarrow \mathbb{R}^{F} \longrightarrow \mathbb{R}^{F} \times \mathbb{R}^{1} \qquad (3-68)$$

$$R^1$$
 X^1 (3-69)

$$R^1 - X^1 - X^1 - (3-70)$$

[0179]

$$\mathbb{R}^{1} \longrightarrow \mathbb{R}^{F} \longrightarrow \mathbb{R}^{F} \longrightarrow \mathbb{R}^{1} \qquad (3-73)$$

$$R^{1} \longrightarrow F F F F X^{1} \qquad (3-74)$$

$$R^1$$
 \longrightarrow F F F X^1 $(3-75)$

$$\mathbb{R}^{1} \longrightarrow \mathbb{R}^{F} \longrightarrow \mathbb{R}^{1} \qquad (3-76)$$

$$R^1 - F_0 - F_1$$
 (3-78)

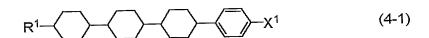
$$R^1 - X^1 - X^1$$

$$R^1$$
 (3-80)

$$R^{1}$$
 R^{1}
 R^{1

$$R^{1}$$
 $(3-89)$
 R^{1} $(3-90)$
 R^{1} $(3-91)$
 R^{1} $(3-92)$
 R^{1} $(3-94)$
 R^{1} $(3-95)$
 R^{1} $(3-96)$
 R^{1} $(3-96)$

(3-97)



$$R^1$$
 X^1 (4-2)

$$R^{1} \longrightarrow \bigoplus_{F} X^{1} \qquad (4-3)$$

$$R^1$$
 X^1 $(4-4)$

$$R^1$$
 X^1 $(4-5)$

$$R^{1} \longrightarrow X^{1} \qquad (4-6)$$

[0181]

$$R^1 \longrightarrow X^1$$
 (4-7)

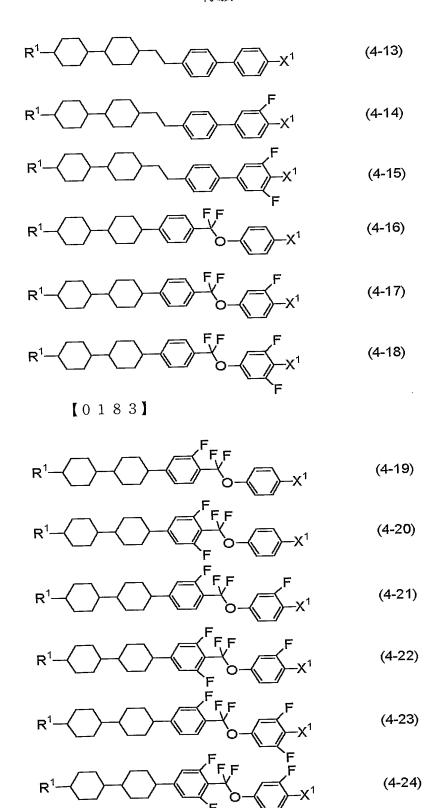
$$R^{1} \longrightarrow X^{1} \qquad (4-8)$$

$$R^1$$
 (4-9)

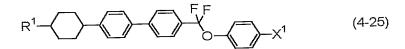
$$R^{1} \longrightarrow K^{1} \qquad (4-10)$$

$$R^{1} \longrightarrow X^{1}$$
 (4-11)

$$R^{1}$$
 (4-12)



[0184]



$$R^1$$
 (4-26)

$$R^1$$
 (4-28)

$$\mathbb{R}^{1} \longrightarrow \mathbb{R}^{1} \longrightarrow \mathbb{R}^{1}$$
 (4-29)

$$\mathbb{R}^{1} \longrightarrow \mathbb{R}^{1} \longrightarrow \mathbb{R}^{1}$$
 (4-30)

$$\mathbb{R}^{1} \longrightarrow \mathbb{R}^{1} \longrightarrow \mathbb{R}^{1}$$
 (4-31)

$$R^1$$
 (4-32)

$$\mathbb{R}^{1} - \mathbb{Q} - \mathbb{Q} + \mathbb{Q}^{F} = \mathbb{Q}^{F} \times \mathbb{Q}^{1}$$

$$(4-33)$$

[0185]

$$\mathbb{R}^2$$
 X^2 (5-1)

$$R^2 \xrightarrow{F} F \qquad F \qquad (5-13)$$

$$R^2 - X^2$$
 (5-2)

$$R^2 \xrightarrow{FF} X^2 \qquad (5-14)$$

$$R^2$$
 X^2 (5-3)

$$R^2$$
 X^2 (5-15)

$$R^2 - X^2$$
 (5-4)

$$R^2$$
 X^2 (5-5)

$$R^2$$
 F F X^2 (5-17)

$$R^2 - X^2$$
 (5-6)

$$R^2$$
 \longrightarrow X^2 (5-18)

$$\mathbb{R}^2 - X^2 \qquad (5-7)$$

$$R^2$$
 X^2 X^2 (5-19)

$$\mathbb{R}^2 - \mathbb{N} - \mathbb{X}^2$$
 (5-8)

$$R^2 - X^2$$
 (5-20)

$$R^2 \longrightarrow X^2 \qquad (5-9)$$

$$R^2 \longrightarrow X^2 \qquad (5-10)$$

$$R^2$$
 \xrightarrow{F} F X^2 (5-22)

$$R^2 \longrightarrow O \longrightarrow X^2 \qquad (5-11)$$

$$R^2 \xrightarrow{F} F F F F F X^2$$
 (5-23)

$$R^2 - X^2$$
 (5-12)

[0186]

$$R^2 - X^2$$
 (5-24)

$$R^2$$
 X^2 (5-25)

$$R^2$$
 X^2 (5-26)

$$R^2$$
 X^2 (5-27)

$$R^2$$
 X^2 $(5-28)$

$$R^2 - X^2$$
 (5-29)

$$R^2$$
 X^2 (5-30)

$$R^2 - X^2$$
 (5-31)

$$R^2$$
 (5-32)

$$R_2$$
 \xrightarrow{F} X_2 (5-33)

$$R^2 \longrightarrow F_{\mathbf{F}} X^2 \quad (5-34)$$

$$R^2$$
 (5-35)

$$R^2$$
 (5-36)

$$R^2$$
 X^2 (5-37)

$$R^2$$
 (5-38)

$$R^2$$
 X^2 (5-39)

$$R^2$$
 X^2 (5-40)

$$R^2$$
 X^2 (5-41)

$$R^2$$
 X^2 X^2 X^2 X^2 X^2 X^2

$$\mathbb{R}^2$$
 \longrightarrow $\mathbb{C}^{\mathbf{F}}$ \mathbb{C}^2 (5-43)

$$R^2 - X^2 = X^2 = (5-44)$$

[0187]

(7-1)

(7-2)

(7-3)

(7-4)

(8-1)

(8-2)

(8-4)

(8-5)

(8-6)

(9-1)

(9-2)

(9-3)

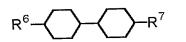
(9-4)

(10-1)

(11-1)

47/

[0188]



$$R^6 \longrightarrow R^7 \qquad (13-1)$$

$$R^6 \longrightarrow R^7 \qquad (13-2)$$

$$R^6$$
 R^7

$$R^6 \longrightarrow R^7 \qquad (13-3)$$

$$R^6$$
 R^7

$$R^6$$
 R^7 (13-4)

$$R^6$$
— R^7

$$R^6 - R^7$$
 (13-5)

$$R^6$$
 R^7

$$R^6$$
 R^7

$$R^6$$
 R^7

$$R^6$$
 R^7

(13-9)

(13-10)

$$R^6$$
 R^7 (12-8)

$$R^6 \longrightarrow R^7 \qquad (13-8)$$

$$R^6 \longrightarrow R^7 \qquad (1)$$

$$R^6$$
 R^7

$$R^6$$
 R^7 (12-10)

$$R^6 - R^7$$
 (12-11)

$$R^6 - R^7$$
 (13-11)

$$R^6$$
 R^7 (12-12)

$$R^6$$
 R^7 (12-13)

$$R^6$$
 R^7 (12-14)

[0189]

$$R^{6} - R^{7} - (13-13) R^{6} - R^{7} - (13-22)$$

$$R^{6} - R^{7} - (13-14) R^{6} - R^{7} - (13-23)$$

$$R^{6} - R^{7} - (13-15) R^{6} - R^{7} - (13-24)$$

$$R^{6} - R^{7} - (13-16) R^{6} - R^{7} - (13-25)$$

$$R^{6} - R^{7} - (13-17) R^{6} - R^{7} - (13-26)$$

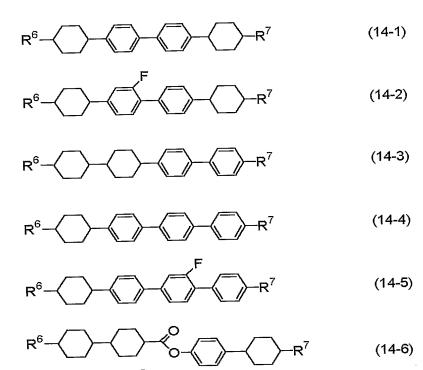
$$R^{6} - R^{7} - (13-18) R^{6} - R^{7} - (13-27)$$

$$R^{6} - R^{7} - (13-18) R^{6} - R^{7} - (13-28)$$

$$R^{6} - R^{7} - (13-29) R^{6} - R^{7} - (13-29)$$

$$R^{6} - R^{7} - (13-21) R^{6} - R^{7} - (13-30)$$

[0190]



[0191]

本発明の組成物は公知の方法によって調製される。例えば、成分である化合物を混合し 、加熱によって互いに溶解させる。組成物に適当な添加物を加えて組成物の物性を調整し てもよい。このような添加物は当業者によく知られている。メロシアニン、スチリル、ア ゾ、アゾメチン、アゾキシ、キノフタロン、アントラキノン、テトラジンなどの化合物で ある二色性色素を添加してGH素子用の組成物を調製してもよい。一方、液晶のらせん構 造を誘起して必要なねじれ角を与える目的でキラルドーパントが添加される。キラルドー パントの例は下記の光学活性化合物(Op-1)~(Op-13)である。

[0192]

[0193]

キラルドーパントを組成物に添加してねじれのピッチを調整するとき、TN素子および TN-TFT素子用の好ましいピッチは $40~200\mu$ mの範囲である:STN素子用の 好ましいピッチは $6\sim 2$ 0 μ mの範囲である:BTN素子用の好ましいピッチは 1. $5\sim$ 4 μ mの範囲である:P C 素子用の組成物にはキラルドーパントを比較的多量に添加する 。ピッチの温度依存性を調整する目的で少なくとも2つのキラルドーパントを添加しても

よい。

[0194]

本発明の組成物は、PC、TN、STN、BTN, ECB、OCB、IPS、VAなど の素子に使用できる。これらの素子は駆動方式がPMであってもよいし、またはAMであ ってもよい。この組成物をマイクロカプセル化して作製したNCAP (nematic curvilin ear aligned phase) 素子や、組成物中に三次元の網目状高分子を形成させたPD(polym er dispersed)素子、例えばPN(polymer network)素子にも使用できる。

[0195]

次に、実施例により本発明をさらに詳しく説明する。本発明はこれらの実施例によって 制限されない。No. 1などの化合物番号は、実施例5において表で示した化合物のそれ と対応する。得られる化合物は核磁気共鳴スペクトル、質量スペクトルなどで同定する。 核磁気共鳴スペクトルにおいて、sはシングレット、dはダブレット、tはトリプレット 、 q はカルテット、mはマルチプレットである。化合物の量(百分率)は組成物の全重量 に基づいた重量%である。物性値の測定は、日本電子機械工業規格(Standard of Electr onic Industries Association of Japan) 、EIAJ・ED-2521Aに記載された方 法、またはこれを修飾した方法に従う。

[0196]

[ネマチック相の上限温度(NI;℃)]

偏光顕微鏡を備えた融点測定装置のホットプレートに試料を置き、1℃/分の速度で加 熱する。試料の一部がネマチック相から等方性液体に変化したときの温度を測定する。ネ マチック相の上限温度を「上限温度」と略すことがある。

[0197]

「ネマチック相の下限温度(Tc;℃)]

ネマチック相を有する試料を0 \mathbb{C} 、-1 0 \mathbb{C} 、-2 0 \mathbb{C} 、-3 0 \mathbb{C} 、および-4 0 \mathbb{C} の フリーザー中に10日間保管したあと、液晶相を観察する。例えば、試料が−20℃では ネマチック相のままであり、−30℃では結晶(またはスメクチック相)に変化したとき 、Tcを<一20℃と記載する。ネマチック相の下限温度を「下限温度」と略すことがあ る。

[0198]

[化合物の相溶性]

類似の構造を有する幾つかの化合物を混合してネマチック相を有する母液晶を調製する 。測定する化合物とこの母液晶とを混合した組成物を得る。混合する割合の一例は、15 %の化合物と85%の母液晶である。この組成物を−20℃、−30℃のような低い温度 で30日間保管する。この組成物の一部が結晶(またはスメクチック相)に変化したか否 かを観察する。必要に応じて混合する割合と保管温度とを変更する。このようにして測定 した結果から、結晶(またはスメクチック相)が析出する条件および結晶(またはスメク チック相)が析出しない条件を求める。これらの条件が相溶性の尺度である。

[0199]

[粘度 (η; 20℃で測定; m P a · s)]

粘度の測定にはE型粘度計を用いる。

[0200]

[光学異方性 (Δn; 25℃で測定)]

波長が589 n m の光によりアッベ屈折計を用いて測定する。

[0201]

[誘電率異方性(Δε;25℃で測定)]

(1) 誘電率異方性が正である組成物

2枚のガラス基板の間隔(ギャップ)が約9μm、ツイスト角が80度の液晶セルに試 料を入れる。このセルに20ボルトを印加して、液晶分子の長軸方向における誘電率(ε ■)を測定する。0.5ボルトを印加して、液晶分子の短軸方向における誘電率(ε L) を測定する。誘電率異方性の値は、 Δ ϵ = ϵ \parallel - ϵ \perp 、の式から計算する。

(2) 誘電率異方性が負~0である組成物

ホメオトロピック配向に処理した液晶セルに試料を入れ、0.5ボルトを印加して誘電 率(ϵ \parallel)を測定する。ホモジニアス配向に処理した液晶セルに試料を入れ、0 . 5 ボル トを印加して誘電率(ϵ \perp)を測定する。誘電率異方性の値は、 Δ ϵ = ϵ \parallel - ϵ \perp 、の式 から計算する。

[0202]

[しきい値電圧 (Vth;25℃で測定;V)]

(1) 誘電率異方性が正である組成物

2枚のガラス基板の間隔(ギャップ)が($0.5/\Delta$ n) μ mであり、ツイスト角が 80度である、ノーマリーホワイトモード (normally white mode) の液晶表示素子に試料 を入れる。Δηは上記の方法で測定した光学異方性の値である。この素子に周波数が32 Hzである矩形波を印加する。矩形波の電圧を上昇させ、素子を通過する光の透過率が9 0%になったときの電圧の値を測定する。

(2) 誘電率異方性が負~0である組成物

2枚のガラス基板の間隔 (ギャップ) が約 9μmであり、ホメオトロピック配向に処理 したノーマリーブラックモード (normally black mode) の液晶表示素子に試料を入れる 。この素子に周波数が32Hzである矩形波を印加する。矩形波の電圧を上昇させ、素子 を通過する光の透過率10%になったときの電圧の値を測定する。

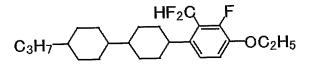
[0203]

なお、化合物の誘電率異方性は、母液晶として使用できる液晶組成物に化合物を添加し て測定し、得られた値から外挿法によって計算される。

【実施例1】

[0204]

<4-(4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシルー2-フルオロー3-ジフルオロ メチルーエトキシベンゼン(化合物No.1-3-1)の合成>



[0205]

第1工程

乾燥させた削り状マグネシウムに2-フルオロー4-エトキシブロモベンゼンのTHF溶 液を40~60℃にて滴下する。この溶液に4-(プロピルシクロヘキシル)シクロヘキ サノンのTHF溶液を40~60℃にて滴下し、さらに2時間攪拌する。反応混合物を飽 和塩化アンモニウム水に注ぎ、トルエンで抽出する。有機層を水、飽和食塩水で順次洗浄 し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮する。得られる粗製の1-ヒドロ キシー4ー(4ープロピルシクロヘキシル)シクロヘキシルー2ーフルオロエトキシベン ゼンを精製することなく第2工程に用いる。

[0206]

第2工程

第1工程で得られる粗製の1-ヒドロキシ-4-(4-プロピルシクロヘキシル)シク ロヘキシル-2-フルオロエトキシベンゼンをトルエンに溶解する。p-トルエンスルホ ン酸一水和物を加え、ディーンスターク装置を用いて脱水しながら2時間加熱還流する。 反応混合物を飽和重曹水に注ぎ、トルエンで抽出する。有機層を水、飽和食塩水で順次洗 浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮する。残さをシリカゲルカラム クロマトグラフィーにて精製し、4-(4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキセニル -2-フルオロエトキシベンゼンを得る。

[0207]

第3工程

第2工程で得られる4-(4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキセニル-2-フル オロエトキシベンゼンをトルエンーソルミックス(登録商標)混合溶媒に溶解する。この 溶液に窒素雰囲気下にてラネーニッケル触媒を加え、常温常圧にて2日間水素添加反応を 行う。反応終了後、触媒を濾過により除去する。濾液を減圧下に濃縮し、残さをシリカゲ ルカラムクロマトグラフィーにて精製し、4-(4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘ キシルー2-フルオロエトキシベンゼンを得る。このものをさらに再結晶繰り返すことに より精製し、純粋な4-(4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル-2-フルオロ エトキシベンゼンを得る。

[0208]

第4工程

第3工程で得られる4-(4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル-2-フルオ ロエトキシベンゼンをテロラヒドロフランに溶解し窒素雰囲気下にてアセトンードライア イス冷媒下で−70℃まで冷却する。この溶液に窒素雰囲気下にてsec−ブチルリチウ ム (シクロヘキサン、n-ヘキサン溶液)を滴下し、滴下後-65℃以下にて2時間攪拌 する。次いでジメチルホルムアミドを-65℃にて滴下し、滴下後2時間攪拌する。反応 混合物を飽和塩化アンモニウム水に注ぎ、ヘキサンで抽出する。有機層を水、飽和食塩水 で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮し、残さをシリカゲル カラムクロマトグラフィーにて精製し、4-(4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキ シルー2-フルオロー3-ホルミルエトキシベンゼンを得る。

[0209]

第5工程

第4工程で得られる4-(4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル-2-フルオ ロー3ーホルミルエトキシベンゼンをジクロロメタンに溶解し窒素雰囲気下にて0℃まで 冷却後、ジエチルアミノサルファートリフオリド (DAST) を添加し、さらに室温で2 0時間攪拌する。この溶液を炭酸水素ナトリウム水溶液に注ぎ、ヘプタンで抽出する。有 機層を水、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮 し、残さをシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し、4-(4-プロピルシクロ ヘキシル) シクロヘキシルー2ーフルオロー3ージフルオロメチルーエトキシベンゼンを 得る。このものをさらに再結晶繰り返すことにより精製し、純粋な4ー(4ープロピルシ クロヘキシル) シクロヘキシルー2ーフルオロー3ージフルオロメチルーエトキシベンゼ ンを得る。

【実施例2】

[0210]

<4-(4-プロピルシクロヘキシル)フェニルー2-フルオロー3-ジフルオロメチル ーエトキシベンゼン(化合物 No. 1-3-5)の合成>

$$C_3H_7$$

HF₂C F

OC₂H₅

[0211]

第1工程

乾燥させた削り状マグネシウム3.03g(124.8mmol)に攪拌しながら3-フルオロー4-エトキシブロモベンゼン22.8g(104mmol)のTHF溶液10 0m1を40~60℃にて滴下し、滴下後1時間加熱還流した。この溶液を冷媒にて-7 0℃まで冷却し、攪拌しながらホウ酸トリメチル16ml (135.2mmol)のTH F溶液(THF70m1)を滴下した。-70℃で3時間攪拌した後、さらに室温にて2 0時間攪拌後、反応液を5℃まで冷却し、6M塩酸50m1を添加した。有機層を分離後 、水層を酢酸エチル100mlで抽出し、前記有機層を混合後、水、飽和食塩水で順次洗 浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下で濃縮し、粗製の3-フルオロ-4エトキシフェニルボロン酸を22.3g得た。得られたホウ酸誘導体は精製することなく 第2工程に用いた。

[0212]

第2工程

第1工程で得られた粗製の3-フルオロー4-エトキシフェニルボロン酸22.3gを テトラヒドロフラン200mlに溶解し、温浴で35℃付近に保ちながら30%過酸化水 素水23.6g(208mmol)を添加した。添加後反応液を室温にて24時間攪拌し た後、反応液を水300mlに投入し、次いで亜硫酸水素ナトリウムを添加し、室温で1 時間攪拌した。反応液は酢酸エチル300mlで抽出し、抽出層を水、飽和食塩水で順次 洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮した。濃縮残さは酢酸エチル /ヘプタンの混合溶媒を展開溶媒としたシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し 、3-フルオロー4-エトキシフェノール17.6g(113mmol)を得た。

[0213]

第3工程

窒素雰囲気下、水素化ナトリウム 5.2 g (130.8 mm o 1) のTHF (170 m 1) 懸濁液に第2工程で得た3-フルオロ-4-エトキシフェノール17.1g(109 mmo1)を5~10℃の間で滴下し、同温度で30分間攪拌した。次いでクロロメチル メチルエーテル9. 9ml (130. 8mmol) のTHF (10ml) 溶液を5~10 ℃の間で滴下し、滴下後室温にて2時間攪拌した。反応液を氷水に投入後、ヘプタン30 0 m l で抽出し、抽出層を水、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥し た後、減圧下に濃縮した。濃縮残さは酢酸エチル/ヘプタンの混合溶媒を展開溶媒とした シリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し、3-フルオロー4-エトキシフェニル =メトキシメチルエーテル16.5gを得た。

[0214]

第4工程

第3工程で得た3-フルオロー4-エトキシフェニル=メトキシメチルエーテル16g (79.9mmol)をテロラヒドロフラン160mlに溶解し窒素雰囲気下、アセトン ードライアイス冷媒下でー70℃まで冷却した。この溶液に窒素雰囲気下にて s e c ーブ チルリチウム(0.99M、シクロヘキサン、n-ヘキサン溶液)89ml(87.9m mo1)を滴下し、滴下後-70℃にて1時間攪拌した。次いでジメチルホルムアミド6 . 8 m l (87.9 m m o l) を-70℃にて滴下し、滴下後同温度で2時間攪拌した。 反応混合物を飽和塩化アンモニウム水に注ぎ、ヘキサン300mlで抽出した。有機層を 水、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮し、得 られた残さを酢酸エチル/ヘプタンの混合溶媒を展開溶媒としたシリカゲルカラムクロマ トグラフィーにて精製し、2ーホルミルー3ーフルオロー4ーエトキシフェニル=メトキ シメチルエーテル16.5gを得た。

[0215]

第5工程

第4工程で得た2ーホルミルー3ーフルオロー4ーエトキシフェニル=メトキシメチル エーテル8g(35mmo1)をジクロロメタン80mlに溶解し窒素雰囲気下にて0℃ まで冷却後、ジエチルアミノサルファートリフオリド (DAST) 9.5m1 (71.8 mmol)を添加し、さらに室温で20時間攪拌した。この溶液を炭酸水素ナトリウム水 溶液に注ぎ、ヘプタン200mlで抽出した。有機層を水、飽和食塩水で順次洗浄し、無 水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮し、残さを酢酸エチル/ヘプタンの混合 溶媒を展開溶媒としたシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し、を得る。このも のをさらに再結晶繰り返すことにより精製し、2-ジフルオロメチル-3-フルオロ-4 -エトキシフェニル=メトキシメチルエーテル7.6 gを得た。

[0216]

第6工程

第5工程で得た2-ジフルオロメチル-3-フルオロー4-エトキシフェニル=メトキ

シメチルエーテル7.5g(30mmol)をエタノール30mlに溶解し室温にて攪拌しながら2M塩酸30ml(60mmol)を添加し、添加後2時間加熱還流した。反応液を水に投入し、酢酸エチル150mlで抽出し、有機層を水、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮した。残さは酢酸エチル/ヘプタンの混合溶媒を展開溶媒としたシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し2ージフルオロメチルー3ーフルオロー4ーエトキシフェノール6.0gを得た。

[0217]

第7工程

第6工程で得た2-ジフルオロメチル-3-フルオロ-4-エトキシフェノール2.5 g(12mmol)およびピリジン2mlをジクロロメタン50mlに溶解し窒素雰囲気 5~10℃にて無水トリフルオロメタンスルホン酸2.6ml(15.6mmol)を添 加し、1.5時間同温度で攪拌した。反応混合物を炭酸水素ナトリウム水溶液に投入しジ クロロメタン100mlで抽出した。有機層を水、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マ グネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮し粗製のトリフラート誘導体を得た。得られた粗 製のトリフラート誘導体(5.5g)は4-(プロピルシクロヘキシル)フェニルホウ酸 3. 2 g (13. 2 mm o l)、臭化カリウム1. 6 g (13. 2 mm o l)、燐酸カリ ウム5.1g(24mmo1)、ジオキサン50mlおよびカップリング触媒としてテト ラキストリフェニルホスフィンパラジウム O. 4 g (O. 3 mm o 1) と混合し 5 時間加 熱還流した。反応混合物を水へ投入しトルエン100mlで抽出後、有機層を水、飽和食 塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮した。濃縮残さは 酢酸エチル/ヘプタンの混合溶媒を展開溶媒としたシリカゲルカラムクロマトグラフィー にて精製し、さらにヘプタン/エタノールの混合溶媒から再結晶を繰り返すことにより精 製し、純粋な4-(4-プロピルシクロヘキシル)フェニル-2-フルオロ-3-ジフル オロメチルーエトキシベンゼンを得た。尚、この化合物の融点は82.2℃であった。

【実施例3】

[0218]

- < 4-(4-プロピルシクロヘキシル) メチル= 2- フルオロー 3- ジフルオロメチルー 4- メチルフェニルエーテル(化合物 N o . 1-2-8)の合成 >

$$C_3H_7$$

[0219]

第1工程

窒素雰囲気下、水素化ナトリウムのTHF懸濁液に2-7ルオロー4-メチルフェノールを5 \mathbb{C} 付近で滴下し、同温度で3 0 分間攪拌する。次いでクロロメチルメチルエーテルのTHF溶液を5 \mathbb{C} 付近で滴下し、滴下後室温にて2 時間攪拌する。反応液を氷水に投入後、ヘプタンで抽出し、抽出層を水、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮する。得られる濃縮残さをシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し、2-7ルオロー4-メチルフェニル=メトキシメチルエーテルを得る。

[0220]

第2工程

第1工程で得られる2-フルオロー4-メチルフェニル=メトキシメチルエーテルをテロラヒドロフランに溶解し窒素雰囲気下、アセトンードライアイス冷媒下で-70 Cまで冷却する。この溶液に窒素雰囲気下にて $\sec c-$ ブチルリチウムを滴下し、滴下後-70 Cにて1時間攪拌する。次いでジメチルホルムアミドを-70 Cにて滴下し、滴下後同温度で2時間攪拌する。反応混合物を飽和塩化アンモニウム水に注ぎ、ヘキサンで抽出し、有機層を水、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮する。得られる残さをシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し、2-フルオロ

-3-ホルミル-4-メチルフェニル=メトキシメチルエーテルを得る。

[0221]

第3工程

第2工程で得られる2-フルオロー3-ホルミルー4-メチルフェニル=メトキシメチ ルエーテルをジクロロメタンに溶解し窒素雰囲気下にて0℃まで冷却後、ジエチルアミノ サルファートリフオリド(DAST)を添加し、さらに室温で20時間攪拌する。この溶 液を炭酸水素ナトリウム水溶液に注ぎ、ヘプタンで抽出し、有機層を水、飽和食塩水で順 次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮する。濃縮残さをシリカゲ ルカラムクロマトグラフィーにて精製し、2-フルオロー3-ジフルオロメチルー4-メ チルフェニル=メトキシメチルエーテルを得る。

[0222]

第4工程

第3工程で得られる2-フルオロー3-ジフルオロメチルー4-メチルフェニル=メト キシメチルエーテルをエタノールに溶解し室温にて攪拌しながら2M塩酸を添加し、添加 後2時間加熱還流する。反応液を水に投入し、酢酸エチルで抽出し、有機層を水、飽和食 塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮する。残さはシリ カゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し2-フルオロー3-ジフルオロメチルー4-メチルフェノールを得る。

[0223]

第5工程

第4工程で得られる2ーフルオロー3ージフルオロメチルー4ーメチルフェノールを窒 素雰囲気下、4-プロピルシクロヘキシルヨードメタンおよび炭酸カリウムと共にDMF 中混合し100℃にて8時間加熱攪拌する。反応混合物を水に投入しトルエンで抽出し、 有機層を水、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃 縮する。濃縮残さをシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し、さらに再結晶を繰 り返すことにより精製し、純粋な4-(4-プロピルシクロヘキシル)メチル=2-フル オロー3-ジフルオロメチルー4-メチルフェニルエーテルを得る。

【実施例4】

[0224]

<4-ペンチル-2,-ジフルオロメチル-3,-フルオロ-4,-エチルターフェニル (化合物 No. 1-4-6) の合成>

$$C_5H_{11}$$
 C_2H_5

[0225]

第1工程

4-エチルフェニルホウ酸をトルエン/エタノールの混合溶媒中、3-フルオロー4-ヨ ードアニソール、炭酸カリウムおよびカップリング触媒としてテトラキストリフェニルホ スフィンパラジウムと混合し8時間加熱還流する。反応混合物を水へ投入しトルエン10 0 m l で抽出し、有機層を水、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥し た後、減圧下に濃縮する。濃縮残さはシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し、 さらに再結晶を繰り返すことにより精製し、純粋な3-フルオロー4-(4-エチルフェ ニル) アニソールを得る。

[0226]

第2工程

第1工程で得られる3-フルオロー4-(4-エチルフェニル)アニソールをジクロロメ タンに溶解し、冷媒下-60℃まで冷却後、三臭化ホウ素を滴下する。滴下後2時間同温 度で攪拌し、さらに室温にて8時間攪拌する。反応混合物を水へ投入しジクロロメタン層 を分離し、ジクロロメタン層を水、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾 燥した後、減圧下に濃縮する。濃縮残さはシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製 し3-フルオロー4-(4-エチルフェニル)フェノールを得る。

[0227]

第3工程

窒素雰囲気下、水素化ナトリウムのTHF懸濁液に第2工程で得られる3-フルオロー 4-(4-エチルフェニル)フェノールを5℃付近で滴下し、同温度で30分間攪拌する 。次いでクロロメチルメチルエーテルのTHF溶液を5℃付近で滴下し、滴下後室温にて 2時間攪拌する。反応液を氷水に投入後、ヘプタンで抽出し、抽出層を水、飽和食塩水で 順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮する。得られる濃縮残さ をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し、3-フルオロー4-(4-エチルフ エニル)フェニル=メトキシメチルエーテルを得る。

[0228]

第4工程

第3工程で得られる3-フルオロ-4-(4-エチルフェニル)フェニル=メトキシメ チルエーテルをテロラヒドロフランに溶解し窒素雰囲気下、アセトンードライアイス冷媒 下で-70℃まで冷却する。この溶液に窒素雰囲気下にてsec-ブチルリチウムを滴下 し、滴下後-70℃にて1時間攪拌する。次いでジメチルホルムアミドを-70℃にて滴 下し、滴下後同温度で2時間攪拌する。反応混合物を飽和塩化アンモニウム水に注ぎ、へ キサンで抽出し、有機層を水、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥し た後、減圧下に濃縮する。得られる残さをシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製 し、2-ホルミル-3-フルオロ-4-(4-エチルフェニル)フェニル=メトキシメチ ルエーテルを得る。

[0229]

第5工程

第4工程で得られる2-ホルミルー3-フルオロー4-(4-エチルフェニル)フェニ ル=メトキシメチルエーテルをジクロロメタンに溶解し窒素雰囲気下にて0℃まで冷却後 、ジエチルアミノサルファートリフオリド(DAST)を添加し、さらに室温で20時間 攪拌する。この溶液を炭酸水素ナトリウム水溶液に注ぎ、ヘプタンで抽出し、有機層を水 、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮する。濃 縮残さをシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し、2-ジフルオロメチルー3-フルオロー4ー(4-エチルフェニル)フェニル=メトキシメチルエーテルを得る。

[0230]

第6工程

第5工程で得られる2-ジフルオロメチル-3-フルオロ-4-(4-エチルフェニル) フェニル=メトキシメチルエーテルをエタノールに溶解し室温にて攪拌しながら 2 M塩 酸を添加し、添加後2時間加熱還流する。反応液を水に投入し、酢酸エチルで抽出し、有 機層を水、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮 する。残さはシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し2-ジフルオロメチルー3 ーフルオロー4ー (4-エチルフェニル) フェノールを得る。

[0231]

第7工程

第6工程で得られる2ージフルオロメチルー3ーフルオロー4ー(4ーエチルフェニル) フェノールおよびピリジンをジクロロメタンに溶解し窒素雰囲気下5℃付近で無水トリ フルオロメタンスルホン酸を添加し、2時間同温度で攪拌する。反応混合物を炭酸水素ナ トリウム水溶液に投入しジクロロメタンで抽出し、有機層を水、飽和食塩水で順次洗浄し 、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮し粗製のトリフラート誘導体を得る 。得られる粗製のトリフラート誘導体を4-ペンチルフェニルホウ酸、臭化カリウム、お よび燐酸カリウムをジオキサン中で混合し、さらにカップリング触媒としてテトラキスト リフェニルホスフィンパラジウム添加し8時間加熱還流する。反応混合物を水へ投入しト ルエンで抽出し、有機層を水、飽和食塩水で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥し 、減圧下に濃縮する。濃縮残さはシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し、さら に再結晶を繰り返すことにより精製し、純粋な4-ペンチル-2, ージフルオロメチルー 3, ーフルオロー4" ーエチルターフェニルを得る。

【実施例5】

[0232]

<β-(4-(4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)-2-ジフルオロメチル -3 ーフルオロー4 ーエトキシスチレン(化合物 No. 1 -3 -1 5)の合成>

$$C_3H_7$$
 \longrightarrow HF_2C F OC_2H_5

[0233]

第1工程

乾燥させた削り状マグネシウム 1.8 g (75.4 mm o 1) に攪拌しながら 3 ーフル オロー4-エトキシブロモベンゼン15.0g(68.5mmol)のTHF溶液30m 1を40~60℃にて滴下した。次いでこの溶液に(4-(4-プロピルシクロヘキシル) シクロヘキシル) アセトアルデヒド22.3g(89.1mmol) のTHF溶液10 0 m l を滴下し、2時間攪拌した。反応混合物を飽和塩化アンモニウム水100 m l に注 ぎ、トルエン200mlで抽出した。有機層を水100ml、飽和食塩水100mlで順 次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮し、粗製の1-ヒドロキシ -1-(3-フルオロ-4-エトキシフェニル)-2-(4-(4-プロピルシクロヘキ シル)シクロヘキシル)エタンを25.9g得た。

[0234]

第2工程

第1工程で得られた粗製の1-ヒドロキシ-1-(3-フルオロ-4-エトキシフェニ トルエンに溶解した。pートルエンスルホン酸一水和物 0.8g(4mmol)を加え、 ディーンスターク装置を用いて脱水しながら2時間加熱還流した。反応混合物を飽和重曹 水200mlに注ぎ、トルエン200mlで抽出した。有機層を水200ml、飽和食塩 水100m1で順次洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮した。残 さをシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒:ヘプタン/トルエン=8/2)に て精製し、さらにヘプタンから再結晶して $\beta-(4-(4-))$ ロペキシル)シ クロヘキシル) -3-フルオロ-4-エトキシスチレン13.2 gを得た。

[0235]

第3工程

第 2 工程で得た β - (4-(4-プロピルシクロヘキシル) シクロヘキシル) <math>- 3-フ ルオロ-4-エトキシスチレン13.2g(35.4mmol)をTHF150mlに溶 解し窒素雰囲気下にてアセトンードライアイス冷媒下で−70℃まで冷却した。この溶液 に窒素雰囲気下にてsecーブチルリチウム (シクロヘキサン、1M nーヘキサン溶液) 46 m l (46 m m o l) を滴下し、滴下後-65℃以下にて2時間攪拌した。次いで ジメチルホルムアミド7.8g(106.2mmo1)を-65℃にて滴下し、滴下後さ らに2時間攪拌した。反応混合物を飽和塩化アンモニウム水200m1に注ぎ、ヘプタン 200mlで抽出した。有機層を水300ml、飽和食塩水100mlで順次洗浄し、無 水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮し、残さをシリカゲルカラムクロマトグ ラフィー(展開溶媒:ヘプタン/トルエン=7/3)にて精製し、 β -(4-(4-プロ ピルシクロヘキシル) シクロヘキシル) -2-ホルミル-3-フルオロ-4-エトキシス チレン5.5gを得た。

[0236]

第3工程で得られた β -(4-(4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)-2 ーホルミルー3-フルオロー4-エトキシスチレン5.5g(13.7mmol)をジク ロロメタン100mlに溶解し窒素雰囲気下にて0℃まで冷却後、ジエチルアミノサルフ ァートリフオリド (DAST) 6.6g(41.1mmol) を添加し、さらに室温で2 0時間攪拌した。この溶液を飽和炭酸水素ナトリウム水溶液300m1に注ぎ、ヘプタン 200m1で抽出した。有機層を水300m1、飽和食塩水200m1で順次洗浄し、無 水硫酸マグネシウムで乾燥した後、減圧下に濃縮した。残さをシリカゲルカラムクロマト グラフィー(展開溶媒:ヘプタン/トルエン=9/1)にて精製し、さらにヘプタン/エ タノール混合溶媒から 2 回再結晶することにより、純粋な β - (4 - (4 - プロピルシク ロヘキシル) シクロヘキシル) -2-ジフルオロメチル-3-フルオロ-4-エトキシス チレン2.1gを得た。この化合物は液晶相を示し、その転移点は以下の通りである。 C 69. 0 N 168. 7 Iso

【実施例6】

[0237]

< 1 - (2 - i)フルオロメチル- 3 - 2フルオロ- 4 - 2トキシフェニル) - 2 - (4 - i)4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)エタン(化合物No.1-3-13)の 合成>

$$C_3H_7$$
 \longrightarrow HF_2C F OC_2H_5

実施例 5 で得られる β - (4-(4-プロピルシクロヘキシル) シクロヘキシル) <math>-2-ジフルオロメチル-3-フルオロ-4-エトキシスチレンをトルエン-ソルミックス混 合溶媒に溶解する。この溶液に窒素雰囲気下にてパラジウム炭素触媒を加え、常温常圧に て2日間水素添加反応を行う。反応終了後、触媒を濾過により除去する。濾液を減圧下に 濃縮し、残さをシリカゲルカラムクロマトグラフィーにて精製し、1-(2-ジフルオロ メチルー3-フルオロー4-エトキシフェニル)-2-(4-(4-プロピルシクロヘキ シル)シクロヘキシル)エタンを得る。このものをさらに再結晶繰り返すことにより精製 し、純粋な1-(2-ジフルオロメチル-3-フルオロ-4-エトキシフェニル)-2-(4-(4-プロピルシクロヘキシル)シクロヘキシル)エタンを得る。

【実施例7】

[0238]

前記の合成法および実施例1~実施例6を応用することによって、下記の化合物No. $1-1-1-1\sim N$ o. 1-9-1 8 を合成する。実施例 $1\sim 6$ による化合物もリストアップ した。上限温度、粘度、光学異方性および誘電率異方性の測定手順は、実施例8で説明す る。

[0239]

$$C_3H_7$$
 HF_2C
 F
 CH_3
 $(1-1-1)$

$$C_2H_5$$
 HF_2C F OC_2H_5 $(1-1-2)$

$$C_3H_7$$
 HF_2C
 F
 OCH_3
 $(1-1-3)$

$$HF_2C$$
 F OC_2H_5 (1-1-4)

$$C_3H_7$$
 CH_3 CH_3 CH_3

$$C_5H_{11}$$
 C_2H_5 C_2H_5 C_2H_5

$$HF_2C$$
 F OC_2H_5 (1-1-8)

$$HF_2C$$
 F OC_2H_5 $(1-1-9)$

$$HF_2C$$
 F C_3H_7 CH_3 $(1-1-10)$

[0240]

$$C_3H_7$$
 HF_2C
 F
 CH_3
 CH_3
 CH_3

$$HF_2C$$
 F OC_2H_5 $(1-1-13)$

$$C_3H_7$$
 HF_2C F OC_2H_5 $(1-1-14)$

$$HF_2C$$
 F OC_2H_6 (1-1-15)

$$C_3H_7$$
 \longrightarrow OC_2H_5 (1-1-18)

$$C_3H_7$$
 \longrightarrow OC_2H_5 $(1-1-19)$

$$C_3H_7$$
 \longrightarrow OC_2H_5 $(1-1-20)$

$$HF_2C$$
 F CH_3 $(1-1-21)$

$$HF_2C$$
 F OC_2H_5 $(1-1-22)$

$$C_3H_7$$
 F OC_2H_6 $(1-1-23)$

$$HF_2C$$
 F OC_2H_5 $(1-1-24)$

$$C_3H_7$$
 \longrightarrow OC_2H_5 OC_2H_5 OC_2H_5

$$C_3H_7$$
 C_3H_7
 C_3H_7
 C_2H_5
 C_2H_5
 C_1-1-26

$$C_3H_7$$
 \longrightarrow HF_2C F OC_2H_5 $(1-1-27)$

$$C_5H_{11}$$
 $+F_2C$ $+F_3$ $+F_3C_2H_5$ $+F_4$ $+F_2C$ $+F_3$ $+F_4$ $+$

$$C_3H_7$$
 O C_2H_5 C_2H_5

$$C_3H_7$$
 O F OC_2H_5 OC_2H_5 OC_2H_5

[0241]

$$HF_2C$$
 F C_3H_7 (1-2-2)

$$HF_2C$$
 F H_3C $(1-2-3)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 $(1-2-4)$

$$HF_2C$$
 F O H_3C C_3H_7 $(1-2-5)$

$$HF_2C$$
 F O H_3C C_3H_7 $(1-2-6)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 $(1-2-7)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 $(1-2-8)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_5H_{11} $(1-2-9)$

$$HF_2C$$
 F C_3H_7 $(1-2-10)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 (1-2-11)

$$HF_2C$$
 F C_3H_7 (1-2-12)

$$HF_2C$$
 F H_3C $(1-2-13)$

$$HF_2C$$
 F C_2H_5 C_3H_7 (1-2-14)

$$HF_2C$$
 F O C_3H_7 $(1-2-15)$

$$HF_2C$$
 F O H_3C C_3H_7 C_3H_7

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 C_3H_7

$$HF_2C$$
 F H_3C C_5H_{11} $(1-2-18)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 $(1-2-19)$

$$HF_2C$$
 F F H_3C C_3H_7 $(1-2-20)$

[0242]

$$HF_2C$$
 F C_3H_7 $(1-2-21)$

$$HF_2C$$
 F O C_3H_7 $(1-2-22)$

$$HF_2C$$
 F F C_3H_7 (1-2-23)

$$HF_2C$$
 F H_3C C_2H_5 $(1-2-24)$

[0243]

$$C_5H_{11}$$
 O_5H_{11} O_7 O_2H_5 $(1-3-42)$

$$C_3H_7$$
 OC_2H_5 $(1-3-43)$

$$C_2H_5$$
 \longrightarrow OC_2H_5 $(1-3-45)$

$$C_3H_7$$
 \longrightarrow OC_2H_5 (1-3-46)

$$C_3H_7$$
 C_2H_5 C

$$C_3H_7$$
 C_2H_5 C_2H_5 C_2H_5 C_3H_7 C

$$C_3H_7$$
 \longrightarrow C_2H_5 (1-3-57)

$$C_3H_7$$
 C_2H_5 C_2H_5 C_2H_5

$$C_3H_7$$
 C_2H_5 $(1-4-10)$

$$HF_2C$$
 F C_2H_5 (1-4-2)

$$C_3H_7$$
 C_2H_5 C_2H_6 C_2H_6

$$C_3H_7$$
 C_2H_5 C_2H_5 C_2H_5 C_2H_5 C_2H_5

$$C_5H_{11}$$
 C_7H_{11} C_7H

$$C_3H_7$$
 — C_3H_7 — C_3H_3 —

$$C_2H_5$$
 $C_58.6 \text{ Iso}$ C_3H_7 C_7

$$C_3H_7$$
 C_2H_5 C_2

$$C_5H_{11}$$
 C_2H_5 C_2H_5 C_4-6

$$C_2H_5$$
—OCH₃ (1-4-15)

$$C_3H_7$$
 C_3H_5 C_2H_6 C_2H_6 C_2H_6 C_3G_1 C_3G_1 C_3G_2

$$C_2H_5$$
—CH₃ (1-4-16)

$$HF_2C$$
 F OC_2H_5 (1-4-8)

$$C_3H_7$$
— O — CH_3 (1-4-17)

$$C_2H_5O$$
 C_3H_7 C_3H_7 C_3H_7

(1-4-9)
$$C_5H_{11}$$
 C_5H_{11} C_5H_{11

[0247]

$$C_{2}H_{5}$$
 $C_{3}H_{7}$
 $C_{$

[0248]

$$C_{2}H_{6}$$
 $C_{3}H_{7}$
 $C_{4}H_{5}$
 $C_{5}H_{7}$
 $C_{5}H_{7}$
 $C_{6}H_{7}$
 $C_{7}H_{7}$
 $C_{$

$$C_{2}H_{5}O - C_{3}H_{7} - C_$$

[0249]

$$C_2H_5O$$
 C_3H_7 C_3H_7 C_3H_7

$$HF_2C$$

$$CH_3O$$
 C_3H_7 C_3H_7 C_3H_7

$$C_3H_7$$
— C_2H_5 (1-4-65)

$$C_5H_{11}$$
 C_3H_7 C_3H_7 C_3H_7

$$C_3H_7$$
 OC_2H_5 $(1-4-66)$

$$C_2H_5$$
 C_5H_{11} C_5H_{11} C_5H_{11}

$$C_5H_{11}$$
 C_5H_{3} C_5H_{3} C_5H_{3}

$$C_2H_5$$
 C_3H_7 C_3H_7 C_3H_7

$$C_2H_5$$
 F_0 F_0 C_5H_{11} $(1-4-60)$

$$C_2H_5O$$
 F $C_3H_7 (1-4-61)$

$$H_3C$$
 \longrightarrow O \longrightarrow C_3H_7 (1-4-62)

[0250]

$$HF_2C$$
 F H_3C G_3H_7 $(1-5-1)$ H_3C

$$HF_2C$$
 F
 H_3C
 C_3H_7
 C_3H_7
 C_3H_7

$$HF_2C$$
 F C_2H_5 (1-5-2)

$$HF_2C$$
 F C_2H_5 C_5H_{11} $(1-5-3)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 $(1-5-12)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_6H_{11} $(1-5-4)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_2H_5 (1-5-13)

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 $(1-5-5)$

(1-5-5)
$$H_3C$$
 F C_3H_7 (1-5-14)

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 C_3H_7

(1-5-6)
$$H_3C$$
 F C_3H_7 (1-5-15)

$$HF_2C$$
 F O OC_3H_7 $(1-5-7)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 $(1-5-16)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 C_3H_7

$$HF_2C$$
 F H_3C $CH_2OC_3H_7$ $(1-5-18)$

$$HF_2C$$
 F HF_2C F HF_3C HF_3

$$HF_2C$$
 F HF_2C F C_3H_7 $(1-5-36)$ F F

[0252]

$$HF_2C$$
 F C_3H_7 $(1-5-37)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 $(1-5-46)$

$$HF_2C$$
 F F C_3H_7 $(1-5-38)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 $(1-5-47)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_6H_{11} $(1-5-39)$

$$HF_2C$$
 F F F F F C_3H_7 $(1-5-48)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 $(1-5-49)$

$$HF_2C$$
 F HF_2C H_3C C_3H_7 H_3C H_3C

$$HF_2C$$
 F O F C_3H_7 $(1-5-50)$

$$HF_2C$$
 F F H_3C C_3H_7 $(1-5-51)$

$$HF_2C$$
 F C_2H_5 C_3H_7 (1-5-43) H_3C

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 $(1-5-52)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 $(1-5-53)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 $(1-5-54)$

[0253]

$$HF_2C$$
 F F F G_3H_7 G_3H_7 G_3H_7

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 $(1-5-65)$

$$HF_2C$$
 F H_3C HF_2C F H_3C H_3C H_3C

$$HF_2C$$
 F H_3C C_2H_5 $(1-5-66)$

$$HF_2C$$
 F O C_3H_7 (1-5-58)

$$HF_2C$$
 F H_3C C_2H_5 $(1-5-59)$

$$HF_2C$$
 F F C_3H_7 (1-5-68)

$$HF_2C$$
 F O C_2H_5 $(1-5-60)$

$$HF_2C$$
 F F H_3C C_3H_7 $(1-5-69)$

$$HF_2C$$
 F F C_3H_7 (1-5-70)

$$HF_2C$$
 F O C_3H_7 (1-5-71)

$$HF_2C$$
 F HF_2C H_3C HF_2C H_3C H_3C H_3C

$$HF_2C$$
 F H_3C F F $(1-5-72)$

[0254]

$$C_3H_7$$
 OC_2H_5 $(1-6-2)$

$$C_3H_7$$
 C_2H_5 C_2H_5

$$C_3H_7$$
 C_3H_7 CH_3 CH_3 CH_3

$$HF_2C$$
 F OC_2H_5 $(1-6-5)$

$$C_5H_{11}$$
 OC_2H_5 $(1-6-6)$

$$HF_{2}C F$$

$$OC_{2}H_{5} (1-6-7)$$

$$C_3H_7$$
 OC_2H_5 OC_2H_5 OC_2H_5 OC_2H_5

$$C_3H_7$$
 — C_2H_5 (1-6-10)

$$C_2H_5$$
 O HF_2C F OC_2H_5 $(1-6-11)$

$$C_3H_7$$
 \longrightarrow G_2H_5 G_2H_5

$$C_2H_5$$
 C_2H_5 C_2H_5

$$C_2H_5$$
 C_2H_5 C_2H_5

$$C_3H_7$$
 \longrightarrow F HF_2C F OC_2H_5 $(1-6-15)$

$$C_3H_7$$
 \longrightarrow F HF_2C F OH_3 $(1-6-17)$

$$C_2H_5$$
 C_2H_5 C

$$C_3H_7$$
 \longrightarrow OC_2H_5 (1-6-19)

[0256]

$$C_3H_7$$
 — OCH₃ (1-7-2)

$$C_5H_{11}$$
 C_2H_5 (1-7-3)

$$C_3H_7$$
 — OCH₃ (1-7-4)

$$HF_2C$$
 F C_2H_5 (1-7-5)

$$C_3H_7$$
 CH_3 CH_3 CH_3

$$C_3H_7$$
 — HF_2C F — CH_3 (1-7-7)

$$C_3H_7$$
 \longrightarrow HF_2C F CH_3 $(1-7-8)$

$$C_3H_7$$
 \longrightarrow HF_2C F OC_2H_5 (1-7-10)

[0257]

$$C_2H_5$$
 HF_2C
 F
 CH_3
 CH_3
 CH_3
 CH_3
 CH_3

$$C_3H_7$$
 (1-7-14)

$$C_3H_7$$
 HF_2C
 F
 F
 $(1-7-15)$

$$C_5H_{11}$$
 C_3H_7 C_3H_7 C_3H_7

$$C_3H_7$$
 HF_2C F CH_3 $(1-7-17)$

$$C_3H_7$$
 HF_2C
 F
 OC_2H_5
 $OC_$

$$C_3H_7 - \begin{array}{c} \\ \\ \\ \\ \end{array} - \begin{array}{c} \\ \\ \end{array} - \begin{array}{c} \\ \\ \\ \end{array}$$

$$H_3C$$
 F C_5H_{11} $(1-8-2)$

$$C_3H_7$$
 HF_2C F F C_3H_7 $(1-8-3)$

$$C_3H_7$$
 C_2H_5 C_2H_5 C_2H_5 C_2H_5

$$HF_2C$$
 F CH_3 $(1-8-6)$

$$C_3H_7$$
 C_2H_5 C_2H_5 C_2H_5

$$C_2H_5O$$
 C_3H_7 $(1-8-8)$

$$C_5H_{11} \longrightarrow F$$

$$C_2H_5 \qquad (1-8-13)$$

$$C_2H_5O$$
 $-C_3H_7$ $(1-8-14)$

$$C_2H_5O$$
 F
 C_3H_7
 C_3H_7
 C_3H_7

$$C_2H_5O$$
 $+$ C_3H_7 $(1-8-17)$

$$C_2H_5O$$
 HF_2C
 F
 C_3H_7
 C_3H_7
 C_3H_7

$$C_2H_5O$$
 HF_2C F F F F C_3H_7 $(1-8-19)$

[0260]

$$HF_2C$$
 F C_2H_5 C_5H_{11} $(1-9-1)$

$$HF_2C$$
 F H_3C C_5H_{11} $(1-9-2)$

$$HF_2C$$
 F F F C_3H_7 (1-9-4)

$$HF_2C$$
 F C_3H_7 (1-9-5)

$$HF_2C$$
 F O C_5H_{11} $(1-9-7)$

$$HF_2C$$
 F F C_3H_7 $(1-9-8)$

$$HF_2C$$
 F O C_5H_{11} $(1-9-9)$

[0261]

$$HF_2C$$
 F H_3C C_3H_7 (1-9-11)

$$HF_2C$$
 F O C_5H_{11} C_5H_{11}

$$HF_2C$$
 F O C_5H_{11} $(1-9-16)$

$$HF_2C$$
 F F F C_5H_{11} $(1-9-17)$

$$HF_2C$$
 F F F C_3H_7 (1-9-18)

$$F_3C$$
 F C_2H_5 C_3H_7 C_3H_7

$$F_3C$$
 F_3C F_3C

$$F_3C$$
 F OC_2H_5 $(1-12-3)$ C_3H_7

$$F_3C$$
 F OC_2H_5 $(1-12-5)$

$$F_3C$$
 F C_2H_5 C_3H_7 C_3H_7

$$F_3C$$
 F C_7H_{15} C_3H_7 C_3H_7 C_3H_7 C_2H_5 $(1-12-7)$

$$H_3C$$
 \longrightarrow OC_2H_5 (1-12-8)

[0263]

[0264]

$$F_3C F C_3H_7$$
 (1-14-7)

$$F_3C$$
 F C_5H_{11} $(1-14-8)$

$$F_3C$$
 F C_3H_7 $(1-14-10)$

$$F_3C$$
 F F C_5H_{11} $(1-14-11)$

$$F_3C$$
 F C_3H_7 $(1-14-13)$

$$F_3C$$
 F F F OCH_3 (1-14-14)

$$F_3C$$
 F OC_2H_5 $(1-15-2)$

$$F_3C$$
 F OC_2H_5 OC_2H_5

$$F_3C$$
 F OCH_3 $(1-15-4)$

$$H_3C$$
 \longrightarrow OCH_3 $(1-15-5)$

$$F_3C$$
 F OC_3H_7 $(1-15-6)$

$$C_3H_7$$
 C_3H_7 C

$$F_3C$$
 F OC_2H_5 $(1-15-8)$

$$F_3C$$
 F OC_2H_5 $(1-15-9)$

$$F_3C$$
 F OC_2H_5 $(1-15-10)$ OC_2H_5 O

$$F_3C$$
 F CH_3 $(1-16-1)$

$$C_5H_{11}$$
 C_2H_5 C_2H_5 C_2H_5

$$F_3C$$
 F OC_2H_5 $(1-16-3)$

$$F_3C$$
 F F OC_2H_5 $(1-16-4)$

$$F_3C$$
 F F C_2H_5 C_2H_5

$$C_3H_7$$
 C_2H_5 (1-16-6)

$$F_3C$$
 F OCH_3 $(1-16-7)$

$$F_3C$$
 F OCH_3 $(1-16-8)$

$$F_3C$$
 F F F F OC_2H_5 (1-16-9)

$$C_3H_7$$
 C_2H_5 C_2H_5 C_1-17-1

$$C_2H_5$$
 C_3H_7 C_3H_7 C_3H_7

$$F_3C$$
 F CH_3 $(1-17-3)$

$$C_3H_7$$
 C_2H_5 C_2H_5 C_2H_5

$$F_3C$$
 F F C_3H_7 $(1-17-5)$

$$F_3C$$
 F CH_3 $(1-17-6)$

$$C_2H_5$$
 C_3H_7 C_3H_7 C_3H_7

$$C_2H_5$$
 C_3H_7 C_3H_7 C_3H_7

$$C_2H_5$$
 C_3H_7 C_3H_7 C_3H_7

$$F_3C$$
 F C_3H_7 (1-18-1)

$$F_3C$$
 F C_3H_7 (1-18-2)

$$F_3C$$
 F C_3H_7 (1-18-3)

$$F_3C$$
 F F C_2H_5 (1-18-4)

$$F_3C$$
 F CH_3 $(1-18-5)$

$$F_3C$$
 F C_2H_5 (1-18-8)

$$F_{3}C$$
 F $C_{2}H_{5}$ (1-18-9)

【実施例8】

[0269]

下記の5つの化合物を混合して、ネマチック相を有する組成物Aを調製した。

4-プロピルシクロヘキサンカルボキシレート:17.2% 4-エトキシフェニル

4-プロピルシクロヘキサンカルボキシレート:27.6% 4-ブトキシフェニル

4ーブチルシクロヘキサンカルボキシレート :20.7% 4-エトキシフェニル

4 ーペンチルシクロヘキサンカルボキシレート:20.7% 4-メトキシフェニル

4-ペンチルシクロヘキサンカルボキシレート:13.8% 4-エトキシフェニル

組成物Aの物性は次のとおりであった。

上限温度 (N I) = 7 4. 0 ℃;粘度 (η 2 0) = 1 8. 9 m P a · s;光学異方性 (Δ n) = 0.087;誘電率異方性(Δ ε)=-1.3。

[0270]

この組成物Aの85%と実施例2によって得られる4- (4-プロピルシクロヘキシル)フェニルー2-フルオロー3-ジフルオロメチルーエトキシベンゼン(化合物No.1 -3-5)の15%とからなる組成物Bを調製した。組成物Bの物性値は次のとおりであ

光学異方性 $(\Delta n) = 0$. 096;誘電率異方性 $(\Delta \epsilon) = -2$. 4。 化合物 No. 1-3-5 を加えることによって、誘電率異方性が負に大きくなり、液晶表 示素子にしたときに低い駆動電圧を有することが分かった。

[0271]

「比較例1]

実施例8に記載した組成物Aの85%とWO200/03963号パンフレットに記 載の4-(4-プロピルシクロヘキシル)フェニル-2-フルオロ-3-ジフルオロメチ ルーエトキシベンゼンの15%とからなる組成物Dを調製した。組成物Dの物性は次のと おりである。光学異方性(Δ n) = 0. 096;誘電率異方性(Δ ε) = -2. 1。

[0272]

本発明の代表的な組成物を使用例 $1\sim7$ にまとめた。最初に、組成物の成分である化合物 とその量(重量%)を示した。化合物は表1の取り決めに従い、左末端基、結合基、環構 造、および右末端基の記号によって表示した。1,4-シクロヘキシレンおよび1,3-ジオキサン-2,5-ジイルの立体配置はトランスである。末端基の記号がない場合は、 末端基が水素であることを意味する。次に組成物の物性値を示した。

[0273]

	$R-(A_1)-Z_1-\cdots$	$\sum_{n} (A_{n}) X$	2 7 🛱
1)左末端基 R-	記号	3)結合基 -Z,-	記号
C _n H _{2n+1} =	n-	-C ₂ H ₄ -	2
$C_{n}H_{2n+1}OC_{m}H_{2m}-$	nOm-	−С₄H ₈ −	4
	V-	-CH=CH-	V
C _n H _{2n+1} CH=CH-	nV-	-CH ₂ O-	10
	Vn-	-coo-	E
$C_nH_{2n+1}CH=CHC_mH_{2m}-$	nVm-	-c≡c-	T
CF ₂ =CH-	VFF-	-CF ₂ O-	X
CF ₂ =CHC _n H _{2n}	VFFn-	- OCH ₂ -	01
2)環構造 -A	記号	4)右末端基 -X	記号
27×× 14×2 7 · · ·		-F	− F
		-CI	-CL
	В	-CN	-c
	_	-OCF ₂ H	-OCF2H
F		-ocf ₃	-ocf3
_ { _	B(F)	−CF ₃	-CF3
	,	$-C_nH_{2n+1}$	-n
F		-OC _n H _{2n+1}	-On
	B(F, F)	-CH=CH ₂	-V
	_ ,, , , ,	-C _n H _{2n} CH=CH ₂	−nV
l F F		-C _n H _{2n} CH=CHC _m H _{2m+1}	−nVm
│ 	B(2F, 3F)	-CH=CF ₂	-VFF
	D(21, 01)	-COOCH3	−EMe
FC F			
\downarrow F_3 F	B(2CF3, 3F)		
	D(20: 0; 0:)		
UHF₂C F			
	B(2CF2H, 3F	- >	
	B(20: 2::, 0:		
	Н		
[_	r 1		
5)表記例			
例1 3-HVB(2CF3,	3F) - O2	例3 2-BB(2CF2H, 3	3F)H-3
		HF₂Ç ,F	
F ₃ C =		C ₂ H ₅ (-)(-)	$-C_3H_7$
C ₃ H ₇ -	⊢oc₂H₅	-2. 5 2 2	, ,
-8-7			
例2 101-HBBH-5	;		
GH ₃ OGH ₂ —	〉 ─ 〈〉 ─ C ₅ H ₁₁		

[0274]

「使用例1]

[使用例 1] 3-HBB (2CF2H, 3F) -O2 (1-3-5) 2-BB (2CF2H, 3F) H-3 (1-4-5) 2-BB (2CF2H, 3F) B-3 (1-4-6)	6 % 3 % 6 %
1 V 2 - B E B (F, F) - C	6 %
3 - H B - C	9 %
2 - B T B - 1	1 0 %
5 - H H - V F F	2 4 %

```
4 %
3 - HHB - 1
                                                8 %
VFF-HHB-1
                                               1 1 %
VFF2-HHB-1
                                                5 %
3 - H 2 B T B - 2
                                                4 %
3 - H 2 B T B - 3
                                                4 %
3 - H 2 B T B - 4
NI=76.5°C; \Deltan=0.136; \eta (20°C) = 25.0 mPa·s; \Delta \varepsilon = 4.
  [0275]
 [使用例2]
3-HBB (2CF2H, 3F) -O2 (1-3-5))
                                              10%
2-BB (2 C F 2 H, 3 F) H-3 (1-4-5)
                                                5 %
                                                 8 %
3 - HH - 4
                                                 6 %
3 - H H B - 1
                                               10%
3-HHB (F, F) -F
                                                 9 %
3 - H 2 H B (F, F) - F
                                               10%
3-HBB (F, F) -F
                                               25%
3-BB (F, F) XB (F, F) -F
                                                 7 %
 1 O 1 - H B B H - 5
                                                 3 %
 2-HHBB (F, F) -F
                                                 3 %
 3-HHBB (F, F) -F
                                                 4 %
 3-HH2BB (F, F) -F
 NI=83.0°C; \Deltan=0.115; \eta (20°C) = 36.9 mPa·s; \Delta \varepsilon = 8.
 2.
   [0276]
 「使用例3]
 3 - HHVB (2 CF 2 H, 3 F) - O2 (1 - 3 - 15)
                                                 7 %
 3 - HHVB (2 CF3, 3F) - O2 (1 - 12 - 3)
                                                 6 %
 1-B (2 C F 2 H, 3 F) O 1 H - 3 (1-2-8)
                                                 5 %
                                                  5 %
 3 - HH - 4
                                                  5 %
 3 - HH - 5
                                                  3 %
 3 - HH - O1
                                                  3 %
 3 - HH - O3
                                                  5 %
 3 - HB - 01
                                                  5 %
 3 - HB - O2
                                                10%
 3 - HB (2F, 3F) - O2
                                                10%
 5 - HB (2F, 3F) - O2
                                                  2 %
 3-HHEH-3
                                                  2 %
 3-HHEH-5
                                                  2 %
  4 - HHEH - 3
                                                  4 %
  2 - HHB (2F, 3F) - 1
                                                  4 %
  3 - HHB (2F, 3F) - 2
                                                 1 2 %
  3 - HHB (2F, 3F) - O2
                                                 10%
  5 - HHB (2F, 3F) - O2
    [0277]
  「使用例4]
  3 - HVB (2 C F 2 H, 3 F) - O2 (1 - 1 - 1 3)
                                                  5 %
  3 - HVB (2CF3, 3F) - O2 (1-10-2)
                                                  5 %
                                         出証特2004-3115391
```

```
5 %
3 - HHB (2CF2H, 3F) - O2 (1-3-1)
                                                   5 %
3 - HH - 4
                                                   5 %
3 - HH - 5
                                                   6 %
3 - HH - O1
                                                   6 %
3 - HH - O3
                                                   5 %
3 - HB - O1
                                                   5 %
3 - HB - O2
                                                 10%
3 - HB (2F, 3F) - O2
                                                   5 %
3 - H H E H - 3
                                                   5 %
3 - HHEH - 5
                                                   5 %
4 - H H E H - 3
                                                   4 %
2 - HHB (2F, 3F) - 1
                                                  1 2 %
3 - H H B (2 F, 3 F) - O 2
                                                  1 2 %
5 - HHB (2F, 3F) - O2
  [0278]
 「使用例5]
1 V - HB (2 CF 2H, 3F) - O2 (1-1-4)
                                                  10%
3 - HHVB (2 CF 2 H, 3 F) - O 2 (1 - 3 - 1 5)
                                                   5 %
                                                    5 %
3 - HH - 4
                                                    5 %
 3 - HH - 5
                                                    4 %
 3 - HH - O1
                                                    4 %
 3 - HH - O3
                                                    4 %
 3 - HB - O1
                                                    3 %
 3 - HB - O2
                                                  10%
 3 - HB (2F, 3F) - O2
                                                    5 %
 5 - HB (2 F, 3 F) - O2
                                                    5 %
 3 - H H E H - 3
                                                    5 %
 3 - HHEH - 5
                                                    5 %
 4 - H H E H - 3
                                                    4 %
 2 - H H B (2 F, 3 F) - 1
                                                    4 %
 3 - HHB (2F, 3F) - 2
                                                  1 2 %
 3 - HHB (2F, 3F) - O2
                                                   10%
 5 - HHB (2F, 3F) - O2
   [0279]
  「使用例6]
 3 - HVB (2 C F 2 H, 3 F) - O 2 (1 - 1 - 1 3)
                                                    7 %
 2-BB (2 C F 2 H, 3 F) H-3 (1-4-5)
                                                    5 %
                                                     5 %
 3 - HH - 4
                                                     5 %
 3 - HH - 5
                                                     6 %
 3 - HH - O1
                                                     6 %
  3 - HH - O3
                                                     5 %
  3 - HB - O1
                                                     5 %
  3 - HB - O2
                                                   10%
  3 - HB (2F, 3F) - O2
                                                   10%
  5 - HB (2F, 3F) - O2
                                                     4 %
  3 - HHEH - 3
                                                     3 %
  3-HHEH-5
```

4 %

10%

8 % 5 - H H B (2 F, 3 F) - O 2N I = 7 7. 8 °C; Δ n = 0. 0 8 3; η (2 0 °C) = 3 9. 1 m P a · s; Δ ε = -3

[0280] [使用例7]

3 - HH - 4

3 - HH - 5

3 - HH - O1

3 - HH - O3

3 - HB - O1

3 - HB - O2

3 - H H E H - 3

3 - HHEH - 5

4 - H H E H - 3

3 - HHB (2F, 3F) - 2

3 - HHB (2F, 3F) - O2

上記の組成物 100 部に (Op-5) を 0.25 部添加したときのピッチは 58.5μ m であった。

【書類名】要約書

【要約】

【課題】本発明は負の誘電率異方性、比較的高い透明点、比較的小さな粘度、適切な光学 異方性、および他の液晶性化合物との優れた相溶性等、優れた物性バランスを有する液晶 性化合物およびこの化合物を含有する液晶組成物を提供することを目的とする。

【解決手段】式(1)で表される化合物。RaおよびRbは水素または炭素数 $1\sim20$ のアルキルである。好ましいA $^1\sim$ A 2 は1,4-シクロヘキシレン、1,4-フェニレン、フッ素化1,4-フェニレンである。好ましいZ $^1\sim$ Z 2 は単結合、-CH2O-、-OCH2-、-CF2O-、-OCF2-、-CH=CH-、-(CH2)2CF2O-3よび-OCF2(CH2)2-である。Xは-CF2Hまたは-CF3である。j、k、m、n、pおよびqは独立して0または1であり、そしてこれらの合計は1、2、または3である。

$$Ra - \left(A^{12} - Z^{12}\right)_{j} \left(A^{11} - Z^{11}\right)_{k} \left(A^{1} - Z^{1}\right)_{m} \left(Z^{21} - A^{21}\right)_{n} \left(Z^{21} - A^{21}\right)_{p} \left(Z^{22} - A^{22}\right)_{q} Rb \quad (1)$$

【選択図】なし

ページ: 1/E

認定・付加情報

特許出願の番号

特願2004-108969

受付番号

5 0 4 0 0 5 5 6 2 4 3

書類名

特許願

担当官

第六担当上席

0095

作成日

平成16年 4月 7日

<認定情報・付加情報>

【手数料の表示】

【納付金額】

16,000円

【特許出願人】

申請人

【識別番号】

000002071

【住所又は居所】

大阪府大阪市北区中之島3丁目6番32号

【氏名又は名称】

チッソ株式会社

【特許出願人】

【識別番号】

596032100

【住所又は居所】

東京都中央区勝どき三丁目13番1号

【氏名又は名称】

チッソ石油化学株式会社

特願2004-108969

出願人履歴情報

識別番号

[000002071]

1. 変更年月日 [変更理由] 住 所 氏 名 1990年 8月23日 新規登録 大阪府大阪市北区中之島3丁目6番32号 チッソ株式会社 特願2004-108969

出願人履歴情報

識別番号

[596032100]

1. 変更年月日 [変更理由] 住 所 氏 名 2002年 7月 1日 住所変更 東京都中央区勝どき三丁目13番1号 チッソ石油化学株式会社